

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS
Departamento de Física de Materiales



**EFFECTO DEL PROCESADO POR EXTRUSIÓN EN
CANAL ANGULAR CONSTANTE (ECAP) EN LA
MICROESTRUCTURA Y LAS PROPIEDADES
MECÁNICAS DE DOS ALEACIONES DE ALUMINIO:
AL 7075 Y AL-7%SI**

**MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR
PRESENTADA POR**

Juan María García de la Infanta Belío

Bajo la dirección del doctor
Fernando Carreño Gorostiaga

Madrid, 2009

• ISBN: 978-84-669-3206-6

©Juan M^a Garcia de la Infanta Belío, 2008

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS
DEPARTAMENTO DE FÍSICA DE MATERIALES



**EFFECTO DEL PROCESADO POR EXTRUSIÓN
EN CANAL ANGULAR CONSTANTE (ECAP) EN LA
MICROESTRUCTURA Y LAS PROPIEDADES MECÁNICAS
DE DOS ALEACIONES DE ALUMINIO: Al 7075 Y Al-7%Si**

Tesis Doctoral

JUAN MARÍA GARCÍA DE LA INFANTA BELÍO

Director:

FERNANDO CARREÑO GOROSTIAGA



DEPARTAMENTO DE METALURGIA FÍSICA
CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACIONES METALÚRGICAS
CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS

Marzo 2008

A mis padres:

Juán María y Nuria

Agradecimientos

Cuando comencé esta etapa de mi carrera en Mayo de 2004, no podía saber lo creativo, enriquecedor, y a la vez difícil y a veces frustrante que es este trabajo. Han sido cuatro años de continuo aprendizaje a través de los libros y de la experimentación; pero sobre todo de la gente que me ha rodeado durante todo este tiempo. Han sido muchas las personas que me han ayudado durante el desarrollo del trabajo, y quiero mostrarles mi agradecimiento a todos ellos en las siguientes líneas.

En primer lugar le agradezco a mi Director de Tesis, el Dr. Fernando Carreño Gorostiaga, sus enseñanzas sobre el comportamiento mecánico de materiales, confianza en mi capacidad, apoyo incondicional y ánimo inquebrantable. Ha sabido motivarme en momentos difíciles, me ha enseñado a pensar y ha potenciado mi curiosidad por el comportamiento de la naturaleza, una cualidad esencial en una mente científica.

Al Prof. Óscar Ruano Mariño le agradezco el interés mostrado durante todo este tiempo, su ayuda con la discusión del trabajo y su esfuerzo durante la revisión de la Tesis. Además, con su conocimiento, generosidad, entusiasmo y visión optimista me ha dado una valiosa lección que recordaré cada vez que afronte un problema nuevo durante mi carrera.

Agradezco al Prof. Terry R. McNelley su interés y dedicación durante las estancias realizadas en la *Naval Postgraduate School* de Monterey. Las valiosas discusiones y valoraciones positivas han contribuido a la consecución del presente trabajo. En Monterey también tuve la oportunidad de trabajar con el Dr. Srinivasan Swaminathan, a quien estoy agradecido por enseñarme el valor de la paciencia, sobre todo de la suya..., y a quien me une una bonita amistad. Además, no puedo olvidarme de Susan, Sarita, Nancy y Joseph, que han hecho de mis viajes a Monterey dos veranos inolvidables.

Al Dr. Alexander Zhilyaev le agradezco las palabras de ánimo y los consejos durante todo este tiempo, en particular sobre la técnica EBSD. Además, le agradezco que me animase a probar la técnica HPT, que sin duda ha enriquecido mi conocimiento sobre procesados por deformación plástica severa.

A los Prof. Edgar Rauch y Jean-Jacques Blandin por su acogida en *L'Ecole Nationale Supérieure de Physique* de Grenoble y por proporcionarme la oportunidad de utilizar sus equipos de ECAP y ACOM-TEM para el procesado y análisis microestructural de muestras de la aleación Al 7075.

A aquellos que me han ayudado en el departamento de Metalurgia Física del CENIM con diferentes problemas y técnicas experimentales. A la Profra. Paloma Adeva por su inestimable ayuda con la microscopía electrónica y sus palabras de ánimo durante todo este tiempo. Al Dr. Jorge del Valle por sus consejos desinteresados sobre multitud de temas, sobre todo en el aprendizaje de los ensayos mecánicos. Al Dr. José Antonio Jiménez por su ayuda con la difracción de rayos X. A la Dra. Teresa Pérez-Prado por su apoyo y por animarme a realizar estancias en el extranjero. A la Dra. Marta Pozuelo, a quien espero ver pronto al otro lado del charco.

A las demás personas del CENIM que me han ayudado en diversas tareas: un recuerdo para Fernando Federico González, quien realizó las coladas de la aleación Al-7%Si; a Jesús Chao, Carmen Peña y Rosario Parra, quienes me asistieron en el procesado de algunas muestras por ECAP; a Víctor López y María Jesús Bartolomé por sus consejos sobre la preparación metalográfica; Pablo González y Alfonso García por enseñarme el manejo de los microscopios electrónicos; César Moreno por las medidas de difracción de rayos X y las agradables conversaciones.

Un recuerdo para los becarios con los que he coincidido durante estos años. Quiero empezar por Luis Miguel Requejo, compañero de clase y de frontón, quien en su día me habló de la posibilidad de realizar la Tesis en el CENIM. A mis compis de despacho, Carmen Cepeda y Paloma Hidalgo, con quienes he compartido muchas horas de trabajo, buenos y malos momentos y muchas risas, deciros que ha sido un placer y, Paloma, ya tengo ganas de leer los agradecimientos de tu Tesis, ánimo. Al resto de los chicos/as: Javi, Silvia, Gerardo, Iván, Sergio, Marta, Elvira, Marcos, Juan Pablo, etc.

Aunque parezca lo contrario, no me he olvidado del apoyo de mis amigos durante este tiempo, sobre todo durante los últimos meses. A mi tribu, cuyo nombre no se puede escribir aquí por razones obvias, gracias de todo corazón. Sari, Nuria, Carmen, María, Ana, Sara, Belén, Leticia, Laura, Chema, Luís, Javi, José, Alberto, Carlos y Nacho, a ver si volvemos al parque y a San Juan donde tan buenos momentos hemos pasado...

A ti Paco, te devuelvo el párrafo que me dedicaste en tu Tesis. Eres un gran amigo con el que seguiré compartiendo alegrías, penas, risas, cañas (muchas), fútbol (en la Play Station N), conciertos y muchas cosas más. Gracias por tu apoyo!

A mi familia que me lo ha dado todo. A mi Padre, Juan María, que se aseguró de dejarme los consejos que mejor están guiando mi vida, espero que estés orgulloso. A mi Madre, Nuria, por todos los sacrificios realizados y los malos ratos que ha pasado para que yo pudiese llegar hasta aquí. A mi hermana, Coca, por la confianza y el apoyo que me muestra todos los días.

Por último, un recuerdo especial para Ester, la persona que más ha “sufrido” esta Tesis después de mi mismo. Gracias por todo el apoyo, la fe y buenas palabras que me has regalado desde que te conozco. Me has demostrado que los sacrificios que hemos hecho y los que nos quedan merecen la pena. Ánimo guapa, ya no queda nada.

Tabla de contenidos

Tabla de contenidos

Lista de siglas.....	vi
Lista de símbolos	vii
Lista de figuras.....	ix
Lista de tablas	xvii
 1 Introducción.....	 1
1.1 Motivación y objetivos	3
1.2 Aportaciones originales	7
1.3 Organización del trabajo.....	7
 2 Fundamentos teóricos	 13
2.1 Procesado por deformación plástica severa.....	13
2.1.1 Evolución microestructural durante SPD	13
2.1.1.1 Afino de grano	14
2.1.1.2 Homogeneización de distribuciones de partículas.....	18
2.1.2 Propiedades mecánicas a temperatura ambiente.....	19
2.1.3 Comportamiento a alta temperatura.....	20
2.1.3.1 Mecanismos de fluencia a alta temperatura	21
2.1.3.1.1 Fluencia viscosa (n=1).....	23
Fluencia difusional.....	23
Harper-Dorn.....	23
2.1.3.1.2 Deslizamiento de fronteras de grano (DFG) (n=2).....	23
2.1.3.1.3 Fluencia por movimiento de dislocaciones.....	24
“Solute drag” (n=3).....	26
Fluencia controlada por trepado (n=5).....	27
2.1.3.2 Comportamiento de materiales SPD	29
2.1.4 Aleaciones Al 7075 y Al-7%Si por ECAP hasta la fecha	33
2.1.4.1 Al 7075.....	33
2.1.4.2 Al-7%Si.....	33
2.2 Aspectos geométricos de ECAP y HPT.....	34
2.2.1 Cizalla simple en una pasada de ECAP.....	34
2.2.2 Variables de procesado por ECAP.....	37
2.2.2.1 Ángulo de intersección 2ϕ	37
2.2.2.2 Ángulo de alivio 2ψ	38
2.2.2.3 Rutas de procesado por ECAP	39

2.2.3	Geometría de la deformación en HPT	41
2.3	Texturas de deformación	43
2.3.1	Representación de la textura	44
2.3.1.1	Figura de polos	45
2.3.1.2	Figura inversa de polos	45
2.3.1.3	Ángulos de Euler y el espacio de Euler	47
2.3.2	Textura de laminación	48
2.3.3	Textura de ECAP	49
3	Materiales y técnicas experimentales	57
3.1	Materiales	57
3.1.1	Al 7075	57
3.1.2	Al-7%Si	57
3.2	Equipos de procesado por ECAP	58
3.2.1	Diseño y desarrollo de sistema ECAP	58
3.2.2	Sistema ECAP francés	64
3.3	Caracterización microestructural	66
3.3.1	Elección de muestras	66
3.3.2	Microscopía óptica (MO)	66
3.3.3	Microscopía electrónica de barrido (MEB)	68
3.3.4	Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)	69
3.3.5	Microscopía electrónica de transmisión (MET)	70
3.3.5.1	Técnica ACOM-MET	70
3.4	Caracterización mecánica	73
3.4.1	Dureza Vickers	73
3.4.2	Ensayos de tracción uniaxial	73
3.4.2.1	Tratamiento de las curvas de tracción	74
3.4.3	Ensayos de punzón semiesférico (SPT)	76
4	Aleación Al 7075	83
4.1	Procesado	83
4.1.1	Procesado por ECAP	83
4.1.2	Procesado por HPT	85
4.2	Resultados	85
4.2.1	Microestructura	85
4.2.1.1	Material de partida	85
4.2.1.2	Muestras de ECAP	88

4.2.1.3	Envejecimiento artificial T6.....	92
4.2.1.4	Microestructura del material procesado por HPT	92
4.2.2	Dureza Vickers	93
4.2.3	Ensayos de tracción a T_a de probetas de partida y de ECAP	95
4.2.4	Tracción a alta temperatura de probetas de partida y de ECAP	97
4.2.4.1	Ensayos de cambios en la velocidad de deformación	97
4.2.4.2	Ensayos a velocidad de deformación constante	101
4.2.4.3	Microestructura de las probetas ensayadas	111
4.2.5	Ensayos SPT	113
4.3	Discusión	119
4.3.1	Desarrollo microestructural durante la deformación por ECAP.....	119
4.3.1.1	Efecto del número de pasadas (N)	120
4.3.1.2	Efecto de la temperatura de procesado (T_p).....	122
4.3.2	Propiedades mecánicas a temperatura ambiente.....	123
4.3.2.1	Tratamiento de envejecimiento artificial T6.....	126
4.3.3	Propiedades mecánicas a alta temperatura.....	127
4.3.3.1	Mecanismo de deformación del material de partida 7075 O	127
4.3.3.2	Límites del intervalo T_{min} - T_{max} de las muestras de ECAP.....	127
4.3.3.3	Fenomenología dentro del intervalo T_{min} - T_{max}	131
4.3.3.3.1	Disminución de la tensión de fluencia.....	131
4.3.3.3.2	Variación de n_{ap} y Q_{ap} en función de N y T_p	131
4.3.3.3.3	Aumento de la ductilidad.....	135
4.3.3.4	Mecanismo de deformación en el intervalo T_{min} - T_{max}	137
4.3.3.4.1	Objeciones al mecanismo SD	137
4.3.3.4.2	Mecanismo de deformación Al 7075 procesada por ECAP	140
4.3.4	Comparación con muestras procesadas por HPT	147
5	Aleación Al-7%Si	153
5.1	Procesado	153
5.1.1	Procesado por ECAP	153
5.1.2	Procesado por HPT	154
5.2	Resultados.....	155
5.2.1	Microscopía óptica.....	155
5.2.1.1	Material de partida	155
5.2.1.2	Muestras de ECAP	156

5.2.1.3	Muestras de HPT.....	163
5.2.2	Microscopía electrónica de barrido (MEB)	164
5.2.2.1	Material de partida	164
5.2.2.2	Muestras de ECAP.....	165
5.2.2.2.1	Constituyente de Al primario.....	165
5.2.2.2.2	Constituyente eutéctico.....	170
5.2.2.3	Muestras de HPT.....	172
5.2.3	Análisis por EBSD del Al primario	174
5.2.3.1	Material de partida	174
5.2.3.2	Muestras de ECAP.....	174
5.2.4	Microscopía electrónica de transmisión (MET)	181
5.2.5	Dureza Vickers	183
5.2.6	Ensayos de tracción a temperatura ambiente.....	183
5.2.6.1	Curvas de tensión-deformación	183
5.2.6.2	Microestructura del material ensayado	187
5.3	Discusión	189
5.3.1	Distribución de los constituyentes	189
5.3.1.1	Fenomenología.....	190
5.3.1.2	Modelo geométrico	192
5.3.1.3	Validación experimental	196
5.3.1.4	Extensión del modelo: morfologías no equiaxiales	198
5.3.1.5	Redistribución geométrica de las partículas de Si	202
5.3.2	Evolución del Al primario durante ECAP	204
5.3.2.1	Estudio de la microtextura	204
5.3.2.2	Afino de grano y precipitación de Si inducida por deformación	207
5.3.3	Evolución del constituyente eutéctico por ECAP	209
5.3.4	Propiedades mecánicas a temperatura ambiente.....	212
5.3.4.1	Resistencia	212
5.3.4.2	Ductilidad.....	213
5.3.5	Comparación con muestras de HPT.....	218
6	Conclusiones.....	223
6.1	Al 7075	223
6.2	Al-7%Si	225

Apéndice 1: Cálculo de la velocidad de deformación en los ensayos HPT	231
Apéndice 2: Cálculo del ángulo de inclinación del eje mayor y de la longitud del eje menor de una elipse mediante análisis matricial.	235
Bibliografía	239

Lista de siglas

Para facilitar la correspondencia entre el manuscrito y la bibliografía se ha preferido mantener algunas siglas en lengua inglesa.

ACOM	<i>“Automated crystallographic orientation mapping”</i> , Construcción automática de imágenes de orientaciones cristalográficas
ARB	<i>“Accumulative roll bonding”</i> , Unión por laminación acumulativa
CC	Cúbico centrado
CCC	Cúbico centrado en las caras
DFG	Deslizamiento de fronteras de grano
EBS	<i>“Electron back-scatter diffraction”</i> , Difracción de electrones retrodispersados
ECAP	<i>“Equal-channel angular pressing”</i> , Extrusión en canal angular de sección constante
FSP	<i>“Friction stir processing”</i>
GDRX	<i>“Geometric dynamic recrystallization”</i> , Recristalización dinámica geométrica
HAB	<i>“High angle boundary”</i> , Frontera de grano de alto ángulo
HPT	<i>“High-pressure torsion”</i> , Torsión a alta presión
HV	<i>“Hardness Vickers”</i> , Dureza Vickers
LAB	<i>“Low angle boundary”</i> , Frontera de grano de bajo ángulo
LSEM	<i>“Large strain extrusion machining”</i> , Extrusión de alta deformación por mecanizado
MEB	Microscopía electrónica de barrido
MET	Microscopía electrónica de transmisión
MMC	<i>“Metal matrix composite”</i> , Material compuesto de matriz metálica
MO	Microscopía óptica
OIM	<i>“Orientation imaging microscopy”</i> , Microscopía de imágenes de orientaciones
SAED	<i>“Selected area electron diffraction”</i> , Difracción de electrones de área seleccionada
SD	<i>“Solute drag”</i> , Mecanismo de fluencia por movimiento de dislocaciones en soluciones sólidas de Clase I
SFE	<i>“Stacking fault energy”</i> , Energía de falta de apilamiento
SPD	<i>“Severe plastic deformation”</i> , Deformación plástica severa
SPT	<i>“Small-punch test”</i> , Ensayo de punzón semiesférico

Lista de símbolos

2ϕ	Ángulo de intersección de los canales de la matriz de ECAP
2ψ	Ángulo de alivio en la esquina de la matriz de ECAP
β	Ángulo de inclinación del eje mayor de una elipse
ε	Deformación real
ε_F	Deformación a fractura en un ensayo de tracción
$\dot{\varepsilon}$	Velocidad de deformación
γ	Deformación de cizalla
λ	Tamaño de subgrano; distancia entre partículas
θ	Ángulo experimental de inclinación de las celdas de dendrita respecto del eje X
σ	Tensión real
σ_0	Tensión de fricción de la red cristalina
$\sigma_{0,2}$	Tensión real a 0,2% de deformación en las curvas de tracción
σ_y	Límite elástico
σ_{\max}	Tensión máxima en las curvas de tracción, UTS
σ_p	Tensión de procesado
a_X	Longitud mayor de los fragmentos de Si eutéctico
a_Y	Longitud menor de los fragmentos de Si eutéctico
b	Módulo del vector de Burgers
d	Desplazamiento en curvas de ECAP y curvas SPT
D	Coefficiente de difusión; diámetro equivalente de los fragmentos de Si eutéctico
d_e	Desplazamiento en las curvas SPT dentro de la región de estrechamiento de membrana
d_f	Desplazamiento a fractura en curvas SPT
E	Módulo de Young
e	Alargamiento plástico
e_F	Alargamiento plástico a rotura
e_u	Alargamiento plástico uniforme
F	Fuerza en ensayos SPT

F_e	Fuerza correspondiente a $d_e=1,4\text{mm}$ en curvas SPT
F_{\max}	Fuerza máxima de las curvas de ECAP
F_p	Fuerza del procesado
f_Y	Factor de corrección del espesor de celda de dendrita
L	Tamaño de (sub)grano
L_Y	Longitud menor de (sub)grano obtenida por el método de intercepción lineal
l_0	Tamaño inicial de celda de dendrita
l_X	Espesor de las celdas de dendrita en la dirección Y medidas en plano X
l_Y	Tamaño de celda de dendrita en el plano Y
m	Sensibilidad a la velocidad de deformación; relación de aspecto de las morfologías en el modelo geométrico de ruta A
N	Número de pasadas de ECAP y número de revoluciones HPT
n	Exponente de la tensión en la ley de fluencia
n_{ap}	Exponente de la tensión experimental o aparente
p	Exponente del inverso del tamaño de grano en la ley potencial de fluencia
q	Exponente del inverso del tamaño de grano a temperatura ambiente
Q	Energía de activación
Q_{ap}	Energía de activación experimental o aparente
Q_{FG}	Energía de activación asociada a la autodifusión a lo largo de las fronteras de grano
Q_R	Energía de activación asociada a la autodifusión a través de la red cristalina
R	Constante de los gases
s	Tensión ingenieril
$s_{0,2}$	Tensión ingenieril a 0,2% de deformación en las curvas de tracción
s_{\max}	Tensión ingenieril máxima en las curvas de tracción s-e
T_a	Temperatura ambiente
T_f	Temperatura de fusión
T_p	Temperatura de procesado
w	Longitud del eje menor de una elipse
w_{\exp}	Espesor de las celdas de dendrita

Lista de figuras

Fig. 1.1.	Esquema de una matriz de ECAP mostrando el paso de una muestra a través de un canal angular de sección constante.....	2
Fig. 1.2.	Esquema del intervalo de temperaturas en el que un material con grano submicrométrico muestra superplasticidad.	5
Fig. 2.1.	Esquema de la evolución microestructural, la tensión (σ_p) y el tamaño de (sub)grano (L) con la deformación plástica (ϵ) [19].....	16
Fig. 2.2.	Evolución del tamaño de la subestructura de diferentes aleaciones metálicas, L , en función de la deformación plástica, ϵ , normalizado por el tamaño de L_0 a $\epsilon=1,5$ [20].	17
Fig. 2.3.	Microestructura de un material compuesto pulvimetalúrgico Al6061+20%Al ₂ O ₃ a) en estado de partida extruido, mostrando los agregados de partículas, b) después de 7 pasadas de ECAP a 350°C [46].....	19
Fig. 2.4.	Evolución con la deformación acumulada, ϵ , de a) límite elástico, $\sigma_{0,2}$; y b) alargamiento en tracción, e_f , de una serie de aleaciones de Al procesadas por ECAP a T_a [48].	21
Fig. 2.5.	Velocidad de deformación compensada por difusión y tamaño de grano frente a tensión compensada por el módulo de Young de aleaciones en las que el mecanismo DFG está controlado por difusión a) a lo largo de las fronteras de grano ($0,4T_f < T < 0,6T_f$), b) a través de la red cristalina ($T > 0,6T_f$) [59].....	25
Fig. 2.6.	Esquema ilustrativo del mecanismo de fluencia por movimiento de dislocaciones. Consiste en un proceso secuencial de deslizamiento en los planos de deslizamiento + trepado en los obstáculos al movimiento.	26
Fig. 2.7.	Esquema de tratamiento termomecánico clásicamente utilizado para el afino de grano en una aleación de Al 7075 [65].....	29
Fig. 2.8.	Tamaño de grano (L) frente a temperatura de recocido (T) de Al puro y Al-3%Mg procesadas por ECAP y recocidas durante 1h a diferentes temperaturas [68].....	31
Fig. 2.9.	Tamaño de grano (L) frente a temperatura de recocido (T) de Al puro y Al-3%Mg sin y con adiciones de Sc, procesadas por ECAP y recocidas durante 1h a diferentes temperaturas [69].	32
Fig. 2.10.	Esquema de una pasada de ECAP en una matriz de ángulo $2\phi=90^\circ$ representando la situación de la muestra a) en el canal de entrada antes de comenzar la pasada; b) durante la pasada y c) al final de la pasada.	35
Fig. 2.11.	Deformación por cizalla simple producida por ECAP en una matriz de ángulo 2ϕ . Sistema de referencia XYZ utilizado a lo largo del presente trabajo	35
Fig. 2.12.	Deformación por cizalla simple producida por ECAP en una matriz de ángulo 2ϕ . Vista del plano de flujo plástico (plano Z).	37
Fig. 2.13.	Valor de la deformación equivalente, ϵ , frente a número de pasadas, N , en matrices de ECAP con diferentes ángulos de intersección $2\phi=60-150^\circ$	38
Fig. 2.14.	Deformación por cizalla simple producida por ECAP en una matriz de ángulo 2ϕ con ángulo de alivio $2\Psi>0$. Vista del plano de flujo plástico (plano Z).	39

Fig. 2.15.	Esquema de las diferentes rotaciones de la probeta en cada ruta de procesado a) A, b) B _A , c) B _C y d) C.....	40
Fig. 2.16.	Esquema de un sistema de HPT a) situación de la probeta entre un yunque fijo y otro giratorio; b) deformación por cizalla ocurrida durante el procesado por HPT.....	42
Fig. 2.17.	Esquema de una celda cúbica de sistema de coordenadas $C = \{c_1, c_2, c_3\}$ orientada arbitrariamente en una muestra de sistema de coordenadas $S = \{s_1, s_2, s_3\}$	44
Fig. 2.18.	Proyección estereográfica de los polos $\{100\}$ de una celda cúbica con sistema de coordenadas $S = \{s_1, s_2, s_3\}$. a) celda cúbica en la esfera de referencia unitaria; b) proyección de los polos $\{100\}$ en el plano ecuador; c) figura de polos $\{100\}$	46
Fig. 2.19.	Triángulo unitario en materiales con simetría cúbica para la representación de una figura inversa de polos.....	46
Fig. 2.20.	Diagrama en el que se muestra la secuencia (en orden 1,2,3) de rotaciones (ϕ_1, Φ, ϕ_2) del sistema de coordenadas de la muestra $S = \{s_1, s_2, s_3\}$ hacia el sistema cristalográfico $C = \{c_1, c_2, c_3\}$	47
Fig. 2.21.	Figura de polos (111) característica de un Al puro deformado por laminación en frío hasta una reducción del 95%. Se indican las componentes principales de la textura.	49
Fig. 2.22.	Cizalla simple positiva.	50
Fig. 2.23.	Figura de polos (111) obtenida en el plano Z correspondiente a textura de deformación de cizalla acorde a las flechas. a) Posiciones ideales de las orientaciones prominentes dadas en la Tabla 2.3. b) simulación de la textura tras una deformación $\gamma=2$ [99].....	53
Fig. 2.24.	Figura de polos (111) obtenida en el plano Z correspondiente a textura de deformación por ECAP en una matriz de ángulo $2\phi=90^\circ$. a) posiciones ideales de las orientaciones prominentes dadas en la Tabla 2.3. b) simulación de la textura tras una deformación $\gamma=2$ [99].	53
Fig. 3.1.	Diagrama de fases del sistema binario Al-Si [105]	58
Fig. 3.2.	Primera matriz de ECAP.	59
Fig. 3.3.	Muestras de Al fallidas. Se aprecia el flujo de Al a través de la junta de las dos piezas que forman la primera matriz de ECAP.....	60
Fig. 3.4.	Segundo diseño de ECAP, compuesto por camisa y matriz.	61
Fig. 3.5.	Segundo sistema ECAP a) acoplado a una máquina de tracción universal; b) detalle de la matriz y varilla.	62
Fig. 3.6.	Esquema del procedimiento seguido para realizar pasadas.....	63
Fig. 3.7.	Procedimiento para realizar pasadas en la matriz de ECAP de Grenoble.	65
Fig. 3.8.	Sistema ECAP francés: a) Parte posterior con extractor; b) parte delantera con resistencias calefactoras.....	65
Fig. 3.9.	Sección de las muestras procesadas para microscopía	67
Fig. 3.10.	Esquema del sistema ACOM-TEM [110]	71

Fig. 3.11.	Proceso de adquisición, filtrado e identificación de los diagramas de difracción [110].....	72
Fig. 3.12.	Dimensiones de la probeta de tracción plana utilizada.....	74
Fig. 3.13.	Esquema del mecanizado de las probetas planas a partir de a) la chapa laminada inicial; b) las muestras de ECAP.	74
Fig. 3.14.	Diseño y dimensiones del sistema SPT. a) Fotografía del sistema SPT; b) esquema con las dimensiones.....	77
Fig. 3.15.	a) Aspecto de una curva F-d en un ensayo SPT. b) Probeta ensayada a rotura.	78
Fig. 4.1.	Curva F-d registrada durante la primera pasada.....	84
Fig. 4.2.	Evolución de F_{\max} frente a N a las tres temperaturas de procesado.	85
Fig. 4.3.	Imagen en perspectiva isométrica de la microestructura de la aleación de partida 7075 O.....	86
Fig. 4.4.	Microtextura del material de partida 7075 O adquirida mediante la técnica EBSD.	87
Fig. 4.5.	Dos tipos de partículas presentes en la microestructura del material de partida 7075 O.....	87
Fig. 4.6.	Imágenes obtenidas por MET de la microestructura del material procesado: a) 1p; b) 3p130°C; c) 5 p130°C y d) 8 p130°C.	88
Fig. 4.7.	Mapas de orientación y figuras de polos obtenidos mediante la técnica ACOM-MET a partir de material procesado a 130°C hasta a) 3 p y b) 8 p.....	90
Fig. 4.8.	Imágenes obtenidas por MET de la microestructura del material sometido a 3 pasadas de ECAP a una temperatura de procesado de a) 80°C; b) 130°C y c) 180°C.....	91
Fig. 4.9.	Mapa EBSD de la muestra 8p 130°C T6.....	93
Fig. 4.10.	Imagen obtenida por MET de la microestructura del material procesado por HPT.....	93
Fig. 4.11.	Perfil de medidas de HV a lo largo de un diámetro de una muestra procesada mediante HPT.....	95
Fig. 4.12.	Curvas de tracción de la aleación de partida y de las muestras procesadas: a) 1ª pasada a T_a y hasta un número total de 3, 5 y 8 pasadas a 130°C; b) hasta un número total de 3 pasadas a 80, 130 y 180°C.....	96
Fig. 4.13.	Curva típica σ - ϵ de un ensayo de tracción con cambios en la velocidad de deformación realizado en la presente investigación.	98
Fig. 4.14.	Curvas $\dot{\epsilon}$ - σ de probetas del material de partida y del procesado en la condición 8p 130°C en un intervalo de temperaturas de ensayo de 200 a 400°C.....	99
Fig. 4.15.	Efecto del número de pasadas (N) en los datos $\dot{\epsilon}$ - σ obtenidos mediante ensayos con cambios en la velocidad de deformación realizados a $T_p = 130^\circ\text{C}$: a) 250°C y b)300°C.....	101
Fig. 4.16.	Efecto de la temperatura de procesado (T_p) en los datos $\dot{\epsilon}$ - σ obtenidos mediante ensayos con cambios en la velocidad de deformación sometidos a N=3: a) 250°C y b) 300°C.....	102
Fig. 4.17.	Curvas de tracción a velocidad de deformación constante de probetas 7075 O.....	104

Fig. 4.18.	Curvas de tracción a velocidad de deformación constante de probetas 8p 130°C.....	104
Fig. 4.19.	Curvas de tracción a velocidad de deformación constante de probetas 1p T_a	105
Fig. 4.20.	Curvas de tracción a velocidad de deformación constante de probetas 3p 130°C.....	105
Fig. 4.21.	Curvas de tracción a velocidad de deformación constante de probetas 5p 130°C.....	106
Fig. 4.22.	Curvas de tracción a velocidad de deformación constante de probetas 3p 80°C.....	106
Fig. 4.23.	Curvas de tracción a velocidad de deformación constante de probetas 3p 180°C.....	107
Fig. 4.24.	Mapas de orientaciones obtenidos mediante EBSD de muestras 8p 130°C ensayadas a 300, 350 y 400°C con cambios en la velocidad de deformación.	111
Fig. 4.25.	Imágenes obtenidas mediante MET de una muestra 8p 130°C ensayada a 300°C a una velocidad de deformación constante de 10^{-2} s^{-1} . a) Microestructura en mordaza; b) Microestructura en la zona ensayada.....	112
Fig. 4.26.	Imagen obtenida por MEB de la superficie, pulida previamente al ensayo, de la zona deformada de una probeta de tracción 8p 130°C ensayada a 300°C y 10^{-3} s^{-1}	113
Fig. 4.27.	Curvas F-d de los ensayos SPT realizados a 250°C.....	115
Fig. 4.28.	Curvas F-d de los ensayos SPT realizados a 300°C.....	115
Fig. 4.29.	Curvas F-d de los ensayos SPT realizados a 350°C.....	116
Fig. 4.30.	Curvas F-d de los ensayos SPT realizados a 400°C.....	116
Fig. 4.31.	F_{\max} frente a L_Y en muestras procesadas a 130°C.....	121
Fig. 4.32.	Datos de fracción de HABs de las muestras 3p y 8p 130°C obtenidos mediante la técnica ACOM-TEM superpuestos a la fracción de HABs obtenida en muestras de Al puro procesadas por ECAP a T_a [13].....	122
Fig. 4.33.	F_{\max} frente a L_Y en muestras sometidas a $N=3p$ a $T_p=80, 130$ y 180°C	123
Fig. 4.34.	Representación de s_{\max} frente a e_F de las muestras 7075 O de partida y todas las procesadas por ECAP.	124
Fig. 4.35.	Representación de $s_{0,2}$ frente a L_Y^{-1} (línea continua de color azul) y frente a $L_Y^{-1/2}$ (línea discontinua de color rojo) de las muestras 3, 5 y 8p 130°C y 3p 80 y 180°C.....	125
Fig. 4.36.	Representación de $s_{\max}-s_{0,2}$ frente a e_u de las muestras 3, 5 y 8p 130°C y 3p 80 y 180°C.....	126
Fig. 4.37.	Datos $\sigma/E-\dot{\epsilon}/D_R$ experimentales del Al puro [127] y de la aleación de partida 7075 O ensayada en el presente trabajo.....	128
Fig. 4.38.	Valores de e_F a 250, 300 y 350°C de las muestras 7075 O y 8p 130°C a varias velocidades de deformación. Datos obtenidos a partir de los ensayos a velocidad de deformación constante.	130
Fig. 4.39.	Evolución de n_{ap} a 250 y 300°C y a la velocidad de $\dot{\epsilon}=3\cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ de las muestras procesadas por ECAP en función de a) N ; b) T_p	132
Fig. 4.40.	Evolución de Q_{ap} de las muestras procesadas por ECAP frente a a) N ; y b) T_p . Los valores de Q_{ap} se calcularon entre 250 y 300°C de dos maneras de	

	acuerdo con las ecn. (3.5) y (3.6). La línea continua representa la evolución de $Q _{\dot{\epsilon}}$, y la discontinua la evolución de $Q _{\sigma}$	134
Fig. 4.41.	Efecto de N en el pico de ductilidad para ensayos de tracción a 300°C. Desplazamiento del pico de ductilidad y del exponente de la tensión hacia valores crecientes de velocidad de deformación.	135
Fig. 4.42.	Efecto de T_p en el pico de ductilidad para ensayos de tracción a 300°C. Desplazamiento del pico de ductilidad y del exponente de la tensión hacia valores crecientes de velocidad de deformación.	136
Fig. 4.43.	Curva σ - ϵ de una probeta de Al 5083 ensayada a 450°C mediante cambios en $\dot{\epsilon}$ [62].	140
Fig. 4.44.	Detalle los transitorios de la tensión en curvas σ - ϵ de los ensayos de cambios de la velocidad de deformación a 300°C de las muestras a) 3p130°C; b) 5p130°C; c) 8p130°C y d) 3p180°C.	141
Fig. 4.45.	Efecto del crecimiento de grano sobre la tensión de fluencia cuando el mecanismo de deformación es DFG.....	144
Fig. 4.46.	Comparación de los valores de n_{ap} calculados a partir de los datos SPT con los calculados a partir de los datos de tracción a velocidades de deformación similares.	148
Fig. 5.1.	Curva de enfriamiento de la muestra S.....	154
Fig. 5.2.	Microestructura de partida: a) Distribución de los constituyentes primario y eutéctico; b) Detalle del constituyente eutéctico.	155
Fig. 5.3.	Imagen en perspectiva isométrica de la microestructura de colada.	156
Fig. 5.4.	Imágenes en perspectiva isométrica de la microestructura en muestras procesadas mediante ruta A tras a) 1, b) 2, c) 4 y d) 8 pasadas.	157
Fig. 5.5.	Imágenes en perspectiva isométrica de la microestructura en muestras procesadas mediante ruta B _A tras a) 1, b) 2, c) 4 y d) 8 pasadas.	159
Fig. 5.6.	Imágenes en perspectiva isométrica de la microestructura en muestras procesadas mediante ruta B _C tras a) 1, b) 2, c) 4 y d) 8 pasadas.....	160
Fig. 5.7.	Imágenes en perspectiva isométrica de la microestructura en muestras procesadas mediante ruta C tras a) 1, b) 2, c) 4 y d) 8 pasadas.	161
Fig. 5.8.	Micrografías ópticas mostrando la microestructura de la aleación Al-7%Si procesada mediante ruta A después de a) 1 pasada en el plano Z; b) 1 p en el plano X; c) 4 p en el plano Z; d) 4 p en el plano X; e) 8 p en el plano Z b) 8 p en el plano X.	162
Fig. 5.9.	Micrografías ópticas mostrando la microestructura de la aleación Al-7%Si procesada mediante ruta B _C tomadas en el plano Z después de a) 4 y b) 8 pasadas.	163
Fig. 5.10.	Imágenes obtenidas por MO a dos escalas de muestras HPT, a y b) en el centro; c y d) en la periferia de los discos.	164
Fig. 5.11.	Morfología del Si presente en el constituyente eutéctico	165
Fig. 5.12.	Distribución de longitudes mayor (a_x) y menor (a_y) de las partículas de Si presentes en el constituyente eutéctico en la aleación Al-7%Si de partida.	166

Fig. 5.13.	Imágenes obtenidas por MEB en el plano Z mediante electrones secundarios (a,c y e) y retrodispersados (b,d y f) de la microestructura en el Al primario de las muestras de colada procesadas por ECAP hasta , a y b) 1 pasada; c y d) 4 pasadas por ruta B _C ; e y f) 8 pasadas por ruta B _C	167
Fig. 5.14.	Imágenes obtenidas por MEB en el plano Z mediante electrones secundarios (a y c) y retrodispersados (b y d) de la microestructura de las muestras Q y S procesadas por ECAP hasta 4 p B _C : a y b) muestra Q; c y d) muestra S.	169
Fig. 5.15.	Imágenes obtenidas por MEB del constituyente primario en el plano Z de la muestra 8pA mediante electrones a) secundarios; b) retrodispersados.	169
Fig. 5.16.	Fragmentación de las partículas presentes en el eutéctico durante el procesado. a) 1 pasada b) 8 pasadas mediante ruta A.....	171
Fig. 5.17.	Distribución de dimensiones mayor (a _x) y menor (a _y) de las partículas de Si presentes en el constituyente eutéctico en la aleación sujeta a 1, 4 y 8 pasadas por ruta A. a) evolución de a _x ; b) evolución de a _y	171
Fig. 5.18.	Imagen obtenida mediante MEB en una zona localizada en la periferia del disco de HPT de Al-7%Si.	173
Fig. 5.19.	Imágenes de la matriz de Al obtenidas mediante MEB de una zona localizada en la periferia de un disco de HPT de Al-7%Si en modo a) electrones secundarios; b) electrones retrodispersados. c) Imagen en modo electrones retrodispersados de la estructura de (sub)grano en la zona con presencia de precipitados de Si.	173
Fig. 5.20.	Mapa de orientaciones característico de la microestructura de colada de la aleación Al-7%Si.....	175
Fig. 5.21.	Imágenes en perspectiva isométrica formadas con mapas de orientaciones de muestras a) 1p, b) 4pA, c) 4pB _C y d) 8pB _C . En cada caso se adjunta la figura de polos (111) correspondiente al mapa de orientaciones obtenido en el plano Z.	176
Fig. 5.22.	Análisis de la microtextura de la muestra 1p. a) Mapa de orientaciones y figuras de polos en el plano Z; b) Mapa codificado mostrando orientaciones de cizalla con sus correspondientes ventanas $\phi=55$ y 90° en el espacio de Euler.	178
Fig. 5.23.	Análisis de la microtextura de la muestra 4pA. a) Mapa de orientaciones y figuras de polos en el plano Z; b) Mapa codificado mostrando orientaciones de cizalla con sus correspondientes ventanas $\phi=55$ y 90° en el espacio de Euler.	180
Fig. 5.24.	Análisis de la microtextura de la muestra 4pB _C . a) Mapa de orientaciones y figuras de polos en el plano Z; b) Mapa codificado mostrando orientaciones de cizalla con sus correspondientes ventanas $\phi=55$ y 90° en el espacio de Euler.	181
Fig. 5.25.	Imágenes obtenidas por MET en el plano Z mostrando la estructura de grano en el Al primario en las muestras de colada tras 8 pasadas por ruta a) B _C y b) A.....	182
Fig. 5.26.	Detalle de una región de Al primario en una muestra de colada 8pA alrededor de una frontera de grano. En la imagen aparecen precipitados de Si de dos tamaños.	182

Fig. 5.27.	Curvas de tracción de las probetas de partida y procesadas de 1 a 8 pasadas mediante las rutas a) A; b) B _A ; c) B _C y d) C.....	184
Fig. 5.28.	Curvas de tracción de las probetas de la aleación de partida y de las probetas procesadas a 8 pasadas mediante las cuatro rutas.....	185
Fig. 5.29.	Metalografía en el plano Z de las probetas de tracción ensayadas, tomadas cerca de la fractura de a) aleación de partida; b) 8p por ruta B _C ; c) 8p por ruta A y d) 8p por ruta B _A	188
Fig. 5.30.	Deformación ideal esperada de un elemento cúbico sometido a cuatro pasadas de ECAP mediante a) ruta A y b) ruta B _C	191
Fig. 5.31.	Esquema de una pasada de ECAP en el que se muestra el cambio de forma de un elemento cúbico y una esfera. Se incluye el sistema de referencia y la designación de los planos de observación.....	193
Fig. 5.32.	Esquema de una pasada de ECAP reducida al plano de observación Z. a) Cambio de forma de un elemento circular y ángulo de inclinación β del eje principal mayor de la elipse. b) Cambio de forma en cizalla paralela al plano X'Z. c) Mismo cambio de forma producido por una rotación más cizalla simple paralela al plano XZ.....	194
Fig. 5.33.	Predicción del cambio de la forma de un elemento circular sometido a ECAP por ruta A según el modelo. a) Cambio de forma basado en la ecn. (5.1) en el plano de observación Z de un elemento circular sometido a 4 pasadas por ruta A. b) Predicción de β y w/l con N según las ecn. (5.4) y (5.5) respectivamente.....	195
Fig. 5.34.	Proyección de l_x sobre el eje menor de la elipse representativa de las celdas de dendrita cizalladas.....	196
Fig. 5.35.	Representación de los valores experimentales superpuestos a las curvas de β y w/l_0 predichas por el modelo hasta N= 8 pasadas. a) Ángulo de inclinación teórico, β , y experimental, θ ; b) disminución del espesor teórico, w/l_0 , y experimental, w_{exp}/l_y	197
Fig. 5.36.	Predicción, según el modelo geométrico, del cambio de forma de un elemento elíptico sometido a 4 pasadas de ECAP por ruta A en el plano de observación Z. a) Grano inicialmente paralelo al eje del canal de entrada ($m=5$); b) grano inicialmente perpendicular al eje del canal de entrada ($m=0,2$).....	200
Fig. 5.37.	Evolución de β y w/l con N según las ecn. (5.10) y (5.11), respectivamente, en granos elípticos con diferentes relaciones de aspecto desde $m=10$ a $m=0,1$	201
Fig. 5.38.	Idealización del concepto de redistribución geométrica mediante ruta A en una microestructura dendrítica ideal sometida a cizalla simple. a) Microestructura de partida; b) $\gamma=2$ (1 pasada en ECAP 90°); c) $\gamma=8$ (4 pasadas); d) $\gamma=32$ (16 pasadas).....	203
Fig. 5.39.	Detalle del diagrama de fases Al-Si en el intervalo de 0 a 5% en masa de Si.....	207
Fig. 5.40.	Evolución de D y α de las partículas a medida que se realizan pasadas.....	210
Fig. 5.41.	Probabilidad de fragmentación de las partículas de Si de la aleación Al-7%Si estudiada frente a N durante el procesado por ECAP.....	212

Fig. 5.42.	Esquema del mecanismo de generación de daño en constituyente eutéctico de aleaciones Al-Si.....	214
Fig. 5.43.	Probabilidad de fragmentación de las partículas de Si de la aleación Al-7%Si estudiada frente a N durante los ensayos de tracción a T_a	216

Lista de tablas

Tabla 2.1.	Ecuaciones constitutivas de los mecanismos de fluencia en materiales policristalinos.	28
Tabla 2.2.	Dominio fundamental del espacio de Euler correspondiente a simetrías de muestra ortorrómbica y monoclinica en el caso de materiales cúbicos. Los ángulos de Euler ϕ_1, Φ, ϕ_2 se expresan en radianes.	48
Tabla 2.3.	Orientaciones prominentes de la textura por deformación de cizalla en metales CCC. Los índices de Miller indican plano $\{hkl\}$ paralelo al plano de cizalla y dirección $\langle uvw \rangle$ paralela a la dirección de cizalla [99].....	51
Tabla 2.4.	Ángulos de Euler (ϕ_1, ϕ, ϕ_2) ($^\circ$) de las orientaciones prominentes de la textura por deformación por ECAP $2\phi=90^\circ$ en metales CCC. Se dan los valores dentro del dominio fundamental en el espacio de Euler en el caso de simetría cúbica de la red cristalina y simetría monoclinica de muestra, es decir, $0<\phi_1<180^\circ$; $0<\phi<90^\circ$ y $0<\phi_2<90^\circ$ (ver Tabla 2.2).	52
Tabla 3.1.	Composición química en % en masa de la aleación Al 7075 utilizada en este trabajo.....	57
Tabla 3.2.	Composición química en % en masa de la aleación Al-7%Si utilizada en este trabajo.....	57
Tabla 4.1.	Nomenclatura utilizada para designar la condición de las muestras del material de partida y del procesado.	83
Tabla 4.2.	Medida de L_Y (nm) de las estructuras de (sub)grano desarrolladas durante una pasada a T_a y resto de pasadas (hasta 8) a 130°C	89
Tabla 4.3.	Medida de L_Y (nm) de las estructuras de (sub)grano desarrolladas en las muestras 3p 80°C , 3p 130°C y 3p 180°C	92
Tabla 4.4.	Microdureza HV de la aleación de partida y de las muestras procesadas	94
Tabla 4.5.	Propiedades mecánicas del material de partida y de las muestras procesadas.....	97
Tabla 4.6.	Resultados de los ensayos de tracción a $\dot{\epsilon}$ constante de probetas del material de partida.	107
Tabla 4.7.	Resultados de los ensayos de tracción a $\dot{\epsilon}$ constante de probetas del material procesado en condición 8p 130°C	108
Tabla 4.8.	Resultados de los ensayos de tracción a $\dot{\epsilon}$ constante de probetas del material sometido a 1 pasada.....	108
Tabla 4.9.	Resultados de los ensayos de tracción a $\dot{\epsilon}$ constante de probetas del material procesado en condición 3p 130°C	109
Tabla 4.10.	Resultados de los ensayos de tracción a $\dot{\epsilon}$ constante de probetas del material procesado en condición 5p 130°C	109
Tabla 4.11.	Resultados de los ensayos de tracción a $\dot{\epsilon}$ constante de probetas del material procesado en condición 3p 80°C	110
Tabla 4.12.	Resultados de los ensayos de tracción a $\dot{\epsilon}$ constante de probetas del material procesado en condición 3p 180°C	110

Tabla 4.13.	Resultados de ensayos SPT a 250°C del material de partida y del procesado mediante ECAP y HPT.	117
Tabla 4.14.	Resultados de ensayos SPT a 300°C del material de partida y del procesado mediante ECAP y HPT.	117
Tabla 4.15.	Resultados de ensayos SPT a 350°C del material de partida y del procesado mediante ECAP.	118
Tabla 4.16.	Resultados de ensayos SPT a 400°C del material de partida y del procesado mediante ECAP.	118
Tabla 5.1.	Nomenclatura de las muestras procesadas de Al-7%Si en estado de colada.....	153
Tabla 5.2.	Promedio de las medidas del ángulo θ , y las longitudes l_x y l_y , y el ratio l_x/l_y	158
Tabla 5.3.	Dimensiones a_x y a_y de las partículas de Si. Se proporciona la media geométrica de las medidas (μ_g), y el intervalo de confianza correspondiente a una distribución log-normal $[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$	166
Tabla 5.4.	Tamaño de grano en el Al primario de muestras de colada, Q y S procesadas por ECAP medido a partir de imágenes de MEB por electrones retrodispersados. Se proporciona la media geométrica de las medidas (μ_g), y el intervalo de confianza correspondiente a una distribución log-normal $[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$	170
Tabla 5.5.	Dimensiones a_x y a_y de los fragmentos de Si en función del número de pasadas (N). Se proporciona la media geométrica de las medidas (μ_g), y el intervalo de confianza correspondiente a una distribución log-normal. $[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$	172
Tabla 5.6.	Tamaño de grano del Al en las zonas próximas y alejadas de partículas de Si eutéctico en las muestras de colada procesadas por HPT. Se midieron a partir de imágenes de MEB por electrones retrodispersados. Se proporciona la media geométrica de las medidas (μ_g), y el intervalo de confianza correspondiente a una distribución log-normal $[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$	174
Tabla 5.7.	Dureza Vickers en el constituyente primario de las muestras de colada, Q y S en estados inicial y procesado por ruta B _C . Las huellas de dureza se realizaron en el plano de observación Z en todos los casos.	183
Tabla 5.8.	$\sigma_{0.2}$ (MPa) de las muestras procesadas en función de la ruta de procesado y el número de pasadas.	186
Tabla 5.9.	σ_{max} (MPa) de las muestras procesadas en función de la ruta de procesado y el número de pasadas.	186
Tabla 5.10.	e_F (%) de las muestras procesadas en función de la ruta de procesado y el número de pasadas.....	186
Tabla 5.11.	Área bajo la curva σ - ϵ ($\cdot 10^6$ J/m ³) de las muestras de partida y procesadas en función de la ruta de procesado y el número de pasadas.....	187

Introducción

1 Introducción

En las últimas dos décadas se ha hecho un gran esfuerzo a nivel mundial en el desarrollo de nuevos materiales metálicos mediante el uso de procesados por deformación plástica severa (SPD) [1]. Los procesados de materiales por SPD son aquellos mediante los que un material es sometido a deformaciones plásticas muy altas, normalmente a temperatura baja, entendida como $T \leq 0,3T_f$, donde T_f es la temperatura de fusión del material procesado.

En la antigüedad, los herreros ya empleaban grandes deformaciones plásticas para producir aceros de alta tenacidad para espadas y armaduras, como el acero persa de Damasco y el acero indio Wootz [2]. Los primeros pasos en un uso moderno de la deformación plástica severa está en los trabajos de Bridgman en la década de 1950 en los Estados Unidos. Bridgman [3] mostró cómo la ductilidad de los materiales aumentaba cuando la deformación plástica se realizaba a presión hidrostática elevada. Sin embargo se prestó poca atención al potencial de las grandes deformaciones plásticas como técnica de procesado para mejora de las propiedades mecánicas.

A principios de la década de 1980, principalmente en la antigua Unión Soviética, se despertó un interés en el desarrollo de nuevas técnicas de procesado basadas en la aplicación de grandes deformaciones plásticas. Estas técnicas se bautizaron con el nombre de procesados por deformación plástica severa (SPD). Durante las tres últimas décadas se ha desarrollado toda una generación de procesados por SPD. Algunas de estas técnicas son: “*Equal channel angular pressing (ECAP)*”[4]; “*High-pressure torsion (HPT)*”[5], “*Accumulative roll bonding (ARB)*” [6]; y recientemente “*Large strain extrusion machining (LSEM)*” [7,8] y “*Friction Stir Processing (FSP)*” [9,10].

“*Equal-channel angular pressing*”, ECAP, también referenciado como “*Equal-channel angular extrusion*”, ECAE, se utilizó por primera vez para procesar materiales por SPD en 1981 por Segal y Kopylov [4] en Minsk, Bielorrusia. En la Fig. 1.1 se esquematiza un sistema de procesado por ECAP. Básicamente, consiste en forzar el paso de una muestra a través de un canal de sección constante que forma una esquina con un ángulo determinado 2ϕ . Al atravesar la esquina, la muestra sufre deformación por cizalla simple, γ , que es función del ángulo 2ϕ . ECAP fue la técnica escogida en el presente trabajo para su diseño, desarrollo y utilización en el procesado de dos aleaciones de Al.

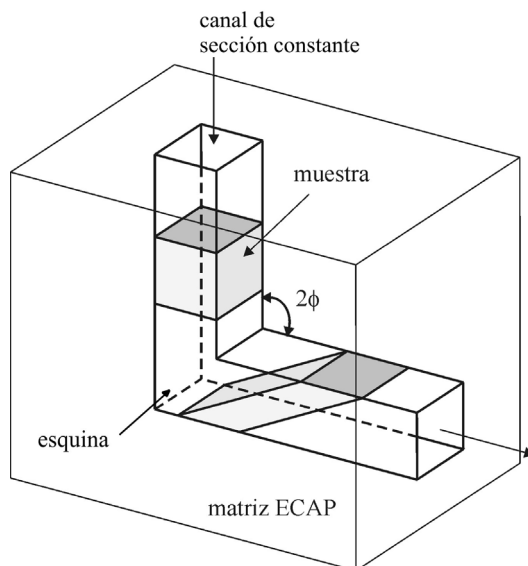


Fig. 1.1. Esquema de una matriz de ECAP mostrando el paso de una muestra a través de un canal angular de sección constante

La técnica ECAP presenta una ventaja fundamental sobre la mayoría de los procesados por SPD, y es que permite realizar deformaciones plásticas muy elevadas sin producir cambio en la sección de la muestra de material procesado. Éste es precisamente el factor que limita el uso de otras técnicas convencionales como forja o laminación para procesar por SPD. Además, durante la deformación por ECAP, la presión hidrostática alcanzada induce en el material un comportamiento más dúctil al ser procesado. Esto permite la deformación a temperatura ambiente, T_a , de materiales que normalmente han de procesarse en caliente.

El efecto principal de la SPD en la microestructura de los materiales procesados es la formación de una estructura de subgranos y granos de tamaño pequeño. En las aleaciones de Al el tamaño de (sub)grano es generalmente submicrométrico (0,1-1 μm). Como resultado del afino del tamaño de grano, se produce un incremento de la resistencia a temperatura ambiente de los materiales procesados, como predice la siguiente ecuación fenomenológica:

$$\sigma_y = \sigma_0 + kL^{-q} \quad (1.1)$$

donde σ_0 es la tensión de fricción de la red cristalina; L el tamaño de (sub)grano, k es una constante y q otra constante con valores generalmente comprendidos entre 0,5 y 1. De acuerdo con la ecn. (1.1), el límite elástico, σ_y , es inversamente proporcional al tamaño de grano del material, lo que justifica el interés creciente en la fabricación, mediante estas técnicas, de materiales con tamaños de grano extremadamente pequeños para aplicaciones estructurales.

Por otro lado, tras deformaciones suficientemente altas, los (sub)granos generados se separan mayoritariamente por fronteras de grano altamente desorientadas [11-14]. Este hecho, sumado a los pequeños tamaños de grano son ingredientes propicios para una mejora de la deformación superplástica en muchas de las aleaciones procesadas. Cuando un material de grano fino se deforma superplásticamente, la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$), σ , L y la temperatura (T) están relacionadas por una ecuación fenomenológica como la siguiente:

$$\dot{\epsilon} = A \left(\frac{\sigma}{E} \right)^2 \left(\frac{b}{L} \right)^p D \quad (1.2)$$

donde A es una constante, E el módulo de Young, b el módulo del vector de Burgers, D el coeficiente de difusión, y p una constante igual a 2 o 3. De acuerdo con la ecn. (1.2), la capacidad de afino de grano de los procesados por SPD ha suscitado gran interés tecnológico, ya que supone el desplazamiento de la superplasticidad de estos materiales hacia valores de $\dot{\epsilon}$ mayores y T menores. Mediante procesados por SPD es posible, por un lado, la producción de nuevos materiales para su utilización en la industria de conformado superplástico. Por otro lado, posibilitan la mejora de las condiciones de conformado actuales en términos de temperatura y velocidades de conformado, lo que conduce a un considerable ahorro energético.

1.1 Motivación y objetivos

En la presente investigación se procesaron por ECAP dos aleaciones de Al con motivaciones y objetivos distintos. El primer material es una aleación con denominación comercial **Al 7075**, y fue seleccionada para el estudio de su comportamiento mecánico a temperaturas intermedias y altas. El segundo material, una aleación de **Al-7%Si** de colada, fue seleccionada para el estudio del

comportamiento mecánico de las muestras procesadas a T_a . Por ello, la investigación está dividida en dos bloques, cada uno dedicado a una aleación, los cuales se plantean a continuación:

1) El primer bloque está dedicado al procesado por ECAP de una aleación de Al **7075** para la mejora de su comportamiento superplástico a temperaturas intermedias. Es una aleación que pertenece al sistema Al-Zn-Mg-Cu, extensamente utilizada en la industria aeronáutica por su capacidad de endurecimiento por precipitación. Sin embargo, para su conformado superplástico son necesarias temperaturas muy altas y velocidades de deformación demasiado lentas para que sea viable su producción a gran escala.

Generalmente, los materiales procesados por SPD presentan un inconveniente importante, que es la inestabilidad térmica de la estructura de (sub)granos, que engrosan al someterlos a temperatura. La tendencia más usual durante los últimos años ha sido mejorar la estabilidad microestructural mediante la adición de pequeñas cantidades de elementos como Sc o Zr en la composición de las aleaciones a procesar [15]. Estos elementos forman precipitados de tamaño submicrométrico que actúan retardando el crecimiento de grano durante los ensayos a temperatura, permitiendo deformaciones superplásticas a temperaturas más elevadas que los materiales convencionales.

Por otro lado, en algunos trabajos sobre procesados por SPD en aleaciones de Al se ha mostrado que las microestructuras ultrafinas muestran ductilidades más altas de lo habitual a temperaturas intermedias-bajas (cerca de $0,5T_f$) [16-18]. Son temperaturas a las que las microestructuras muestran un crecimiento de grano suficientemente lento y a las que se han llegado a registrar alargamientos a rotura en tracción, e_F , por encima de un 200% (alargamiento mínimo para aplicaciones de conformado superplástico). Esto contrasta con las temperaturas de conformado normalmente utilizadas en aleaciones de Al, aproximadamente $\sim 0,8T_f$ [19]. En esta investigación se pensó focalizar en el procesado que permitiera el descenso de las temperaturas de conformado a temperaturas $0,5-0,6T_f$ sin la necesidad de añadir Sc y Zr a la composición. Esta idea es interesante desde el punto de vista tecnológico ya que supondría una gran reducción de los costes de producción. Además, desde un punto de vista científico, los parámetros microestructurales y mecánicos observados en las aleaciones procesadas por SPD ensayadas a estas temperaturas difieren de los parámetros característicos habituales de fluencia. Es por esto que hay cierta controversia acerca del mecanismo responsable del aumento de la ductilidad, y se han propuesto dos posibilidades: movimiento de

dislocaciones controlado por solución sólida (“*solute drag*”, SD) y deslizamiento de fronteras de grano (DFG).

Los **objetivos** principales son: desde el punto de vista tecnológico, procesar la aleación Al 7075 por ECAP para obtener un (sub)grano lo suficientemente fino cuya ventana de temperaturas a la que se observa deformación superplástica sea lo más baja posible, sin la necesidad de Sc y Zr en la composición. Dicha ventana superplástica, esquematizada en la Fig. 1.2, estaría delimitada por una temperatura mínima, T_{\min} , a partir de la cual se observaría deformación superplástica, y una temperatura máxima, T_{\max} , limitada por el crecimiento excesivo del grano de la aleación. Desde el punto de vista científico, se pretende aclarar el mecanismo de fluencia responsable del incremento de la ductilidad dentro del intervalo T_{\min} - T_{\max} de las muestras procesadas, atendiendo a los parámetros microestructurales y mecánicos obtenidos en su caracterización.

2) El segundo bloque está dedicado al procesado por ECAP de una aleación de **Al-7%Si** de colada para la mejora de su comportamiento mecánico a temperatura ambiente. Las aleaciones de Al-Si son muy utilizadas en la industria aeronáutica y especialmente automovilística. La razón principal por la que se utilizan de Al-Si es por su buena colabilidad y capacidad para adoptar formas complicadas durante la colada. Aunque gracias a los tratamientos de endurecimiento por precipitación presentan una resistencia mecánica razonablemente alta, la heterogeneidad de las

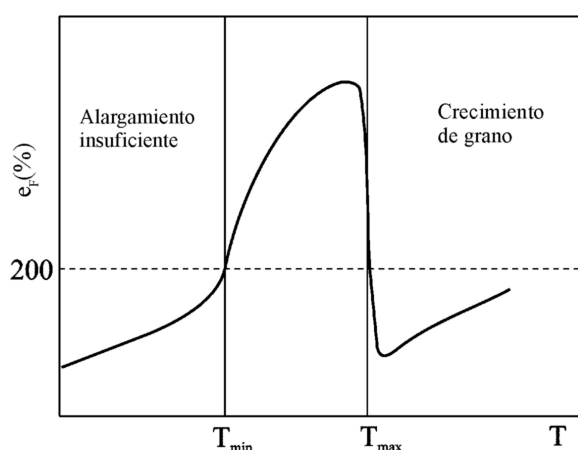


Fig. 1.2. Esquema del intervalo de temperaturas en el que un material con grano submicrométrico muestra superplasticidad.

microestructuras de colada hacen que presenten ductilidades muy bajas.

La mayoría de las aleaciones de Al procesadas por ECAP hasta la fecha consisten en aleaciones policristalinas monofásicas o con poca presencia de partículas de otras fases. El efecto de las rutas de procesamiento por ECAP en el desarrollo microestructural se ha abordado generalmente desde el punto de vista de la efectividad de cada ruta en el afino de grano y en la generación de fronteras de grano de ángulo alto. Los resultados existentes en la literatura sugieren que el mecanismo de afino de grano depende del modo de deformación de cada ruta de procesamiento. Sin embargo, la imposibilidad de distinguir la evolución de las estructuras de grano originales después de cierta deformación impide el seguimiento de los procesos ocurridos en el interior de un grano original durante la deformación severa. Por lo tanto, no se sabe mucho sobre la influencia de la ruta de procesamiento en el mecanismo de afino microestructural. Se pensó entonces que el constituyente eutéctico en una aleación Al-7%Si actuaría como marcador de la deformación sufrida durante el procesamiento por ECAP, delimitando las dendritas de Al primario. Por ello, se recurrió a este hecho para estudiar el mecanismo de afino de grano ocurrido en regiones de Al primario inicialmente libres de deformación, perfectamente distinguibles.

Por otro lado, hay pocos trabajos sobre procesamiento por ECAP de aleaciones de Al con gran presencia de otras fases como aleaciones de Al-Si de colada o materiales compuestos particulados de matriz de Al. En estos materiales, la distribución de las partículas es determinante en su ductilidad a T_a , de forma que distribuciones homogéneas de partículas son deseables para optimizar la ductilidad y tenacidad del material. Estos materiales son poco dúctiles y difíciles de procesar por SPD y en la mayoría de los casos reportados se procesaron a altas temperaturas. Además, en todos los trabajos de la bibliografía consultada, se procesaron utilizando una única ruta de ECAP, por lo que poco se sabía del efecto de las diferentes rutas de procesamiento en la distribución de partículas y ductilidad finales.

Al seleccionar esta aleación se abordaban los siguientes **objetivos**: desde el punto de vista tecnológico, se pretendía el procesamiento por ECAP de la aleación Al-7%Si por diferentes rutas y encontrar la ruta óptima para la mejora de las propiedades mecánicas a T_a . Al procesar a T_a se pretendía la mejora tanto de la resistencia, por medio del afino de grano, como de la ductilidad, por medio de la homogeneización de la distribución de partículas de Si. Desde el punto de vista científico, se pretendía aprovechar la presencia del constituyente eutéctico como

marcador de la deformación ocurrida durante el procesado por ECAP y profundizar así en el conocimiento del desarrollo de la microestructura a escalas macroscópica y microscópica.

1.2 Aportaciones originales

En el bloque dedicado al estudio de la aleación de **Al 7075**, como aportación tecnológica, se ha optimizado el procesado por ECAP de la aleación, obteniéndose el record de ductilidad a temperaturas inferiores y velocidades de deformación superiores a las de conformado superplástico habituales sin necesidad de adición de Sc y Zr a la composición inicial. Desde el punto de vista científico, se proporciona un análisis clarificador de la controversia acerca del mecanismo responsable de la deformación a temperaturas intermedias, y se concluye que éste es deslizamiento de fronteras de grano (DFG).

En el bloque dedicado al estudio de la aleación **Al-7%Si**, como aportación tecnológica, se optimiza el procesado por ECAP de la aleación, obteniéndose una gran mejora tanto de la resistencia como la ductilidad a T_a respecto a la aleación de partida. Además, se pone de manifiesto la importancia de la precipitación de Si inducida por la deformación severa en el afino de grano y endurecimiento del material, cuando hay Si en solución sólida en la matriz de Al. Científicamente, gracias al efecto marcador del constituyente eutéctico, se desarrolla y discute un modelo geométrico de deformación por ECAP con implicaciones fundamentales de las rutas de procesado en la homogeneización de los constituyentes, en el mecanismo de afino de grano y en las propiedades mecánicas del material, sobre todo en la ductilidad.

1.3 Organización del trabajo

La presente Tesis Doctoral está organizada del siguiente modo. En el **capítulo 2** se resumen los fundamentos teóricos necesarios para la comprensión del trabajo. Se comienza con una introducción sobre SPD y se hace una revisión bibliográfica de los trabajos más recientes sobre ECAP en aleaciones de Al, centrándose en el efecto de la SPD en comportamiento tanto a baja como a alta temperatura y concretamente de las aleaciones investigadas Al 7075 y Al-7%Si. Se proporcionan unas nociones básicas sobre los aspectos geométricos de la deformación producida por ECAP así como de las texturas de ECAP típicamente

desarrolladas en Al. En el **capítulo 3** se describen las diferentes técnicas y metodologías experimentales empleadas a lo largo de la investigación.

Al estudio de la aleación Al 7075 se ha dedicado el **capítulo 4**. Se procesaron muestras de dicha aleación a diferentes temperaturas. Los efectos del procesado en la microestructura se evaluaron principalmente por microscopía electrónica de transmisión (MET). Como fruto de la colaboración con los Prof. Edgar Rauch y Jean-Jacques Blandin de la *Ecole Nationale Supérieure de Physique* de Grenoble (ENSPG), se procesó por ECAP la aleación Al 7075 y se estudió su microtextura mediante un sistema de indexación automática de patrones de difracción acoplado a un MET. El comportamiento mecánico se evaluó mediante ensayos de dureza, de tracción uniaxial y de punzón semiesférico (SPT). Los resultados obtenidos revelaron una mejora formidable de la capacidad de la aleación para ser deformada superplásticamente debido al considerable afino de la microestructura ocurrido durante el procesado. Finalmente, estos resultados se comparan con los mostrados por la misma aleación Al 7075 sometida a un procesado más severo por HPT procesada en el *Institute for Superplasticity Problems* en Ufa (Rusia), por el Dr. Alexander Zhilyaev.

Al estudio de la aleación Al-7%Si de colada se ha dedicado el **capítulo 5**. Se procesaron muestras de dicha aleación mediante cuatro rutas de procesado diferentes: A, B_A, B_C y C. Los efectos del procesado en la microestructura se evaluaron mediante un análisis exhaustivo del desarrollo microestructural de los constituyentes primario y eutéctico a varias escalas por microscopía óptica (MO), electrónica de barrido (MEB) y difracción de electrones retrodispersados (*“Electron back-scatter diffraction”*, EBSD). Se observaron efectos diferentes de cada ruta de procesado en la distribución de los constituyentes. Igualmente, se constató que la SPD produce efectos característicos en cada constituyente como la precipitación de Si inducida por deformación en el Al primario o la fragmentación de las partículas presentes en el eutéctico. Parte de esta investigación se realizó en la *Naval Postgraduate School (NPS)* en Monterey, California, en colaboración con el Prof. Terry R. McNelley. El comportamiento mecánico a temperatura ambiente se evaluó mediante ensayos de dureza y de tracción uniaxial. Los resultados obtenidos revelaron dependencia de la ruta de procesado, y una gran mejora de la resistencia, ductilidad y tenacidad de la aleación procesada por rutas monotónicas A y B_A con respecto a la aleación de partida. Finalmente, estos resultados se comparan con los mostrados por la misma aleación sometida a un procesado más severo por HPT.

Por último, en el **capítulo 6** se enumeran, para cada material, las conclusiones más importantes que se desprenden de la presente investigación.

Capítulo 2

Fundamentos teóricos

2 Fundamentos teóricos

En el presente capítulo se resumen las bases necesarias para la discusión de la investigación. En primer lugar, en el ap. 2.1, se explica el efecto de la deformación plástica severa tanto en la microestructura como en las propiedades mecánicas de los materiales procesados. Al final de este apartado se ofrece una revisión de trabajos publicados y del estado actual en las aleaciones estudiadas en la presente Tesis Doctoral: Al 7075 y Al-7%Si procesadas por ECAP.

En el ap. 2.2 se ofrece un resumen de los aspectos geométricos básicos del procesado por ECAP y HPT necesarios para la comprensión de las conclusiones del presente trabajo. Por último, en el ap. 2.3 se incluye una introducción a las texturas de cizalla que suelen mostrar los materiales CCC tras el procesado por ECAP a temperaturas bajas.

2.1 Procesado por deformación plástica severa

A continuación se explican los efectos de la deformación plástica severa en la microestructura y en las propiedades mecánicas de los metales procesados. Aunque dichos efectos son similares en la mayoría de los metales y aleaciones, casi toda la bibliografía introducida en cada caso se ha centrado en aleaciones de Al procesadas por ECAP.

2.1.1 Evolución microestructural durante SPD

Los procesados por SPD producen transformaciones microestructurales, siendo el afino de grano la más estudiada. En el ap. 2.1.1.1 se describe brevemente el proceso de afino del tamaño de grano, durante SPD y su relación con la severidad del procesado. Además se proporcionan algunas referencias básicas en el procesado de aleaciones de Al pertenecientes a distintos sistemas.

Por otro lado, en el ap. 2.1.1.2 se introducen algunas referencias en las que se reportó homogeneización de distribuciones heterogéneas de partículas en materiales compuestos particulados mediante ECAP.

2.1.1.1 Afino de grano

El afino de grano en materiales metálicos sometidos a SPD consiste en un proceso de subdivisión de los granos iniciales. El proceso está basado en la generación de dislocaciones y reorganización de éstas en paredes de dislocaciones, fronteras de subgrano y, finalmente, fronteras de grano, a medida que se acumula deformación. A continuación se describen brevemente las transformaciones microestructurales que acontecen durante las diferentes etapas de la deformación en frío hasta altas deformaciones en materiales como Aluminio, con alta energía de falta de apilamiento (SFE). Un análisis más detallado se puede encontrar en [20]. Generalmente, los procesos que conducen al afino de grano son los siguientes:

- 1) *Etapas de deslizamiento fácil de las dislocaciones:* A muy bajas deformaciones equivalentes, $\epsilon < 0,01$, hay deslizamiento fácil de las dislocaciones en el interior de los granos a lo largo de los planos de deslizamiento más favorables acorde al factor de Schmidt. Tras deformaciones de $\epsilon \sim 0,02-0,03$, el número de fuentes de dislocaciones es mayor y éstas se mueven en bandas de deslizamiento paralelas.
- 2) *Formación de apilamientos de dislocaciones:* Después de deformaciones de $\epsilon \sim 0,05-0,06$, las dislocaciones se desplazan a lo largo de más de un sistema de deslizamiento. La intersección de dislocaciones deslizándose en planos no paralelos supone la generación de dislocaciones inmóviles y aumentan los apilamientos de dislocaciones. Durante esta etapa, la densidad de dislocaciones crece rápidamente y la tensión necesaria para continuar con la deformación se incrementa.
- 3) *Formación de la estructura celular, poligonalización:* En materiales con SFE alta, la distancia entre las dislocaciones parciales es pequeña y superan los apilamientos mediante el mecanismo de deslizamiento cruzado. Esto favorece que las dislocaciones se organicen en redes tridimensionales formando entramados. Estos entramados, denominados paredes de dislocaciones, aunque no son fronteras bidimensionales, dividen la microestructura en fragmentos denominados celdas. Las dislocaciones, generadas en el interior de las celdas, se atrapan en las paredes de dislocaciones, por lo que en el interior de las celdas la densidad de dislocaciones es muy inferior a la de las paredes. La acumulación de dislocaciones en las paredes provoca la rotación desigual de celdas

contiguas de ángulos del orden de $<2^\circ$. En metales con SFE alta la estructura celular se desarrolla después de una deformación del $\varepsilon \sim 0,05-0,1$.

- 4) *Evolución a fronteras de subgrano (LABs)*: esta etapa tiene lugar progresivamente, a medida que se acumula más deformación. El hecho más relevante es que las paredes de dislocaciones disminuyen en espesor hasta convertirse en verdaderas fronteras bidimensionales. Esta transición resulta de la aniquilación de dislocaciones de signo opuesto en el interior de las paredes de dislocaciones debido a la restauración dinámica. La desorientación de las LABs es $2-15^\circ$. Dicha transición ocurre a una deformación que depende de la microestructura. Por ejemplo, en Al de alta pureza (99,998% Al) ocurre a deformaciones entre $\varepsilon \sim 0,1-0,22$, sin embargo, en Al de pureza comercial 99,97% Al es necesaria más deformación, hasta $\varepsilon \sim 0,8$ [20].
- 5) *Evolución a fronteras de grano (HABs)*: a mayores deformaciones, en la subestructura se alcanza un equilibrio entre la generación de dislocaciones y la aniquilación y recombinación de éstas en las paredes de dislocaciones y LABs. La transformación de fronteras de grano de ángulo bajo a alto tiene lugar paulatinamente por la incorporación de dislocaciones en las fronteras de subgrano a medida que se deforma el material. Los subgranos adyacentes se van desorientando hasta superar una desorientación superior a 15° , límite normalmente aceptado entre LABs y HABs.

Por otro lado, a una escala mayor, otra contribución en la subdivisión de microestructuras proviene de la acomodación de la deformación impuesta mediante bandas de deformación. En algunos granos, la acomodación de la deformación impuesta es más favorable mediante la división en bandas de deformación. Éstas, son regiones con diferentes orientaciones cristalográficas desorientadas entre ellas del orden de decenas de grados. El interior de una banda de deformación se compone de subgranos poco desorientados. La formación e intersección de bandas de deformación supone una fuente de generación de HABs alternativa al mecanismo de acumulación de dislocaciones en la subestructura.

En la Fig. 2.1 se muestra esquemáticamente la evolución de la microestructura, del tamaño de (sub)grano (L) y de la tensión desarrollada en el procesado, σ_p , frente a la deformación plástica producida [19]. Durante las primeras etapas de la deformación plástica, σ_p aumenta rápidamente con ε debido

al incremento de la densidad de dislocaciones en varios órdenes de magnitud. Una vez formada la estructura de celdas de dislocaciones, entran en juego procesos de restauración dinámica de dislocaciones en las paredes de dislocaciones y fronteras de subgrano y la tensión aumenta más lentamente hasta alcanzar un valor máximo de σ_p (σ_s , tensión de saturación). El tamaño de (sub)grano evoluciona de forma inversa a la tensión, es decir, disminuye rápidamente en los primeros estadios de la deformación y más lentamente a deformaciones altas, a las que el tamaño de grano tiende a saturar, L_f .

El esquema mostrado en la Fig. 2.1 es válido para la mayoría de las aleaciones, y el valor del tamaño de (sub)grano final, L_f , está dictaminado por la tensión σ_p que fue necesaria para su procesamiento. Sin embargo, la evolución de σ_p depende fuertemente del material procesado. La presencia de impurezas, elementos en solución sólida, dispersoides o partículas de segunda fase condicionan los procesos de generación y restauración de dislocaciones provocando un retraso en la saturación de σ_p y L respecto al metal base. Por ello, distintas aleaciones de Al con múltiples composiciones desarrollan tamaños de

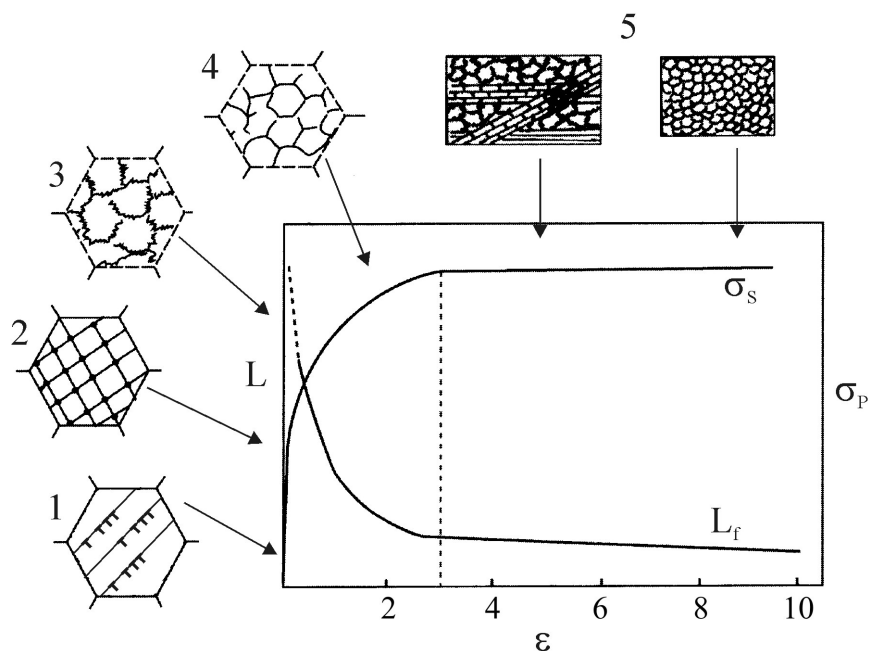


Fig. 2.1. Esquema de la evolución microestructural, la tensión (σ_p) y el tamaño de (sub)grano (L) con la deformación plástica (ϵ) [19].

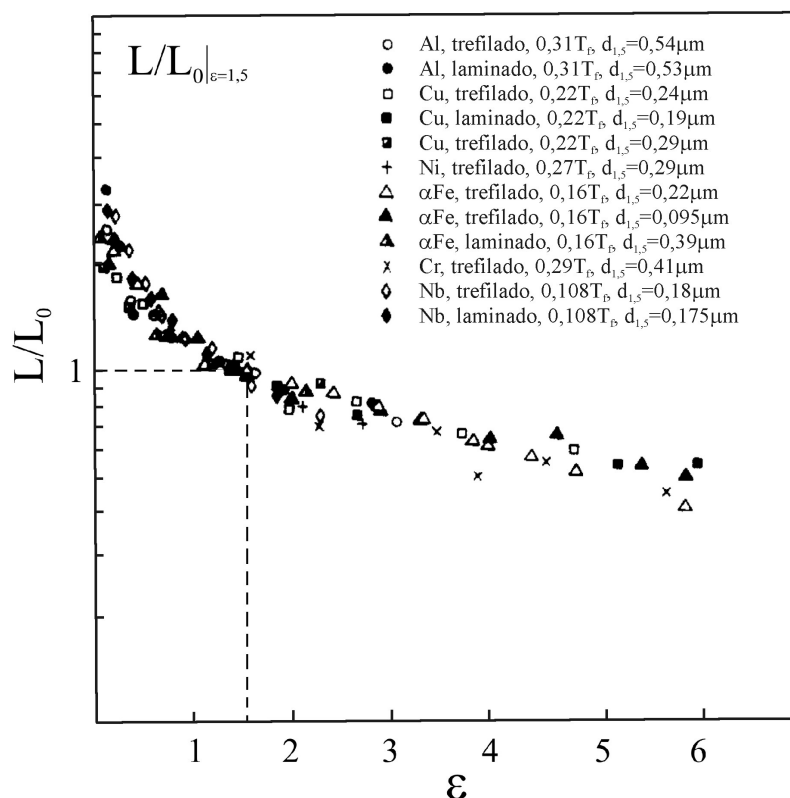


Fig. 2.2. Evolución del tamaño de la subestructura de diferentes aleaciones metálicas, L , en función de la deformación plástica, ε , normalizado por el tamaño de L_0 a $\varepsilon=1,5$ [20].

grano diferentes, siempre menores que el Al puro sujeto a la misma deformación. La evolución del tamaño de grano con ε esquematizada en la Fig. 2.1 se muestra con datos experimentales de diferentes aleaciones metálicas en la Fig. 2.2. Gil Sevillano y col. [20] representaron el tamaño de (sub)grano L normalizado por el tamaño (L_0) tras una deformación $\varepsilon=1,5$ en cada material estudiado, y observaron una evolución comparativamente similar en todos los casos.

En la literatura, la definición más común de los procesados por SPD es “*aquellos procesos de conformado de metales mediante los que un sólido masivo es sometido a deformaciones plásticas elevadas*” [21]. En la presente investigación, se ha querido aclarar el significado de severidad, que generalmente se asocia a altas deformaciones. En los procesados por SPD, el desarrollo de la microestructura requiere grandes deformaciones plásticas. Pero además, como se ha expuesto anteriormente, el tamaño de (sub)grano procesado depende de la

tensión σ_p . Es preferible entonces, asociar la severidad de procesado con σ_p . De este modo, un procesado por SPD es más severo cuanto mayor es σ_p , y como resultado, procesados más severos conducen a tamaños de (sub)grano procesado menores. Dado que σ_p depende del material, T y $\dot{\epsilon}$, se obtienen diferentes tamaños de (sub)grano en dos materiales sometidos a la misma deformación y a las mismas condiciones de T y $\dot{\epsilon}$, ya que han sufrido severidades distintas. De la misma manera, se obtienen diferentes tamaños de (sub)grano en un mismo material sometido a la misma deformación pero en condiciones diferentes de T y $\dot{\epsilon}$, ya que ha recibido severidades distintas. Este concepto se aplica y discute en mayor profundidad en el capítulo 4, dedicado a la aleación Al 7075, que fue procesada a tres temperaturas.

Hasta la fecha, se han procesado distintos materiales metálicos por procesos de SPD, y en concreto Al y sus aleaciones por ECAP. El procesado por ECAP de Al puro (99,95% Al) conduce a tamaños de grano del orden de 1-1,3 μm [12,13,22,23]. En aleaciones, la severidad de los procesados a T_a es mayor debido al efecto de segundas fases y elementos en solución sólida, y los tamaños de grano finales son menores, del orden de 0,1 a 1 μm . Se han realizado trabajos en múltiples sistemas de Al, de los cuales cabe destacar [24,25] en la serie 1xxx; [26,27] en la serie 2xxx; [28-31] en la serie 3xxx; [32-35] en la serie 5xxx; [36-38] en la serie 6xxx; y [39-45] en la serie 7xxx.

Sin embargo, muchos interrogantes sobre el efecto del procesado por ECAP sobre diferentes tipos de microestructuras no se han resuelto todavía. Algunos de estos interrogantes son el mecanismo exacto de afino de grano en cada ruta de procesado; la comprensión de procesos como precipitación que pueden ocurrir dinámicamente durante SPD en algunas aleaciones o, como se introduce a continuación, la utilización de ECAP para la homogeneización de microestructuras con distribuciones heterogéneas de partículas.

2.1.1.2 Homogeneización de distribuciones de partículas

En aleaciones de colada como las aleaciones Al-Si, o en materiales compuestos particulados (MMC) de colada, uno de los grandes inconvenientes es la obtención de distribuciones heterogéneas de partículas. Las microestructuras dendríticas propias de las aleaciones de Al-Si y las agrupaciones de partículas en agregados en los MMC son perjudiciales para la ductilidad de estos materiales. Hasta la fecha hay pocos trabajos que analicen la homogeneización de

distribuciones heterogéneas de partículas mediante ECAP. Sin embargo, se ha mostrado que es posible cierta homogeneización de las distribuciones de partículas y, en consecuencia, la mejora de la ductilidad de los materiales [46,47]. En concreto, ECAP se ha utilizado en el procesamiento de materiales compuestos particulados de base Al con presencia de agregados de partículas en la microestructura. Así, Sabirov y col. [46] procesaron por ECAP mediante ruta B_C a 350°C un material compuesto pulvimetalúrgico extruido Al6061+20%Al₂O₃. En la Fig. 2.3 se muestra el cambio de la distribución de las partículas de Al₂O₃ ocurrido en el procesamiento. En la Fig. 2.3a se muestra la microestructura de partida en la que se observan claramente la agrupación de partículas en agregados. Después de 7 pasadas de ECAP (Fig. 2.3b) a alta temperatura, la distribución de partículas de alúmina se muestra razonablemente más homogénea que la distribución de partida. Además, en este trabajo se muestra que la tenacidad a la fractura de la muestra procesada ha mejorado en relación a la de partida.

2.1.2 Propiedades mecánicas a temperatura ambiente

Como ya se ha adelantado en la introducción, el afino de grano produce un aumento del límite elástico de los materiales procesados acorde a la ecn. (1.1). Las aleaciones de Al procesadas mediante ECAP ven incrementado su límite elástico ~100-400% dependiendo de la composición. En general, cuanto más severo es el procesamiento, menor es el tamaño de grano resultante y mayor es el aumento del

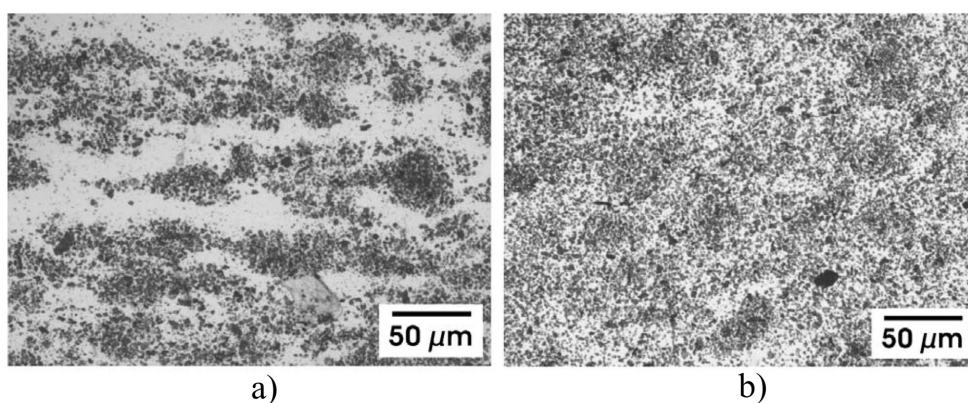


Fig. 2.3. Microestructura de un material compuesto pulvimetalúrgico Al6061+20%Al₂O₃ a) en estado de partida extruido, mostrando los agregados de partículas, b) después de 7 pasadas de ECAP a 350°C [46].

límite elástico de los materiales, como ocurre por ejemplo en aleaciones de Al 1100, 2024, 3004, 5083, 6061 y 7075 (ver Fig. 2.4a) [48].

Por otro lado, en materiales procesados por SPD es común que el incremento del límite elástico generalmente conlleve una disminución de la estabilidad plástica y, como resultado, de su ductilidad. La inestabilidad plástica en tracción tiene lugar cuando se hace más fácil deformar un material en zonas donde ya ha sido deformado que en cualquiera otra. La inestabilidad se manifiesta mediante una localización de la deformación, denominada estricción localizada, que marca el final del alargamiento plástico uniforme de la probeta, e_u . La estricción localizada se inicia generalmente cuando se alcanza la fuerza máxima durante el ensayo de tracción. Normalmente, un material metálico sometido a un ensayo de tracción sufre endurecimiento por deformación, lo que le confiere cierta resistencia a la formación de la estricción localizada. Como consecuencia, un material con gran endurecimiento por deformación generalmente se muestra más dúctil que un material con poco endurecimiento. Los metales procesados por SPD endurecen por deformación durante el procesado, por lo que en los ensayos de tracción posteriores suelen mostrar poco o ningún endurecimiento por deformación y, por lo tanto, poca ductilidad. Por ejemplo, en la Fig. 2.4b se muestra la evolución del alargamiento en tracción, e_F , de las aleaciones de Al 1100, 2024, 3004, 5083, 6061 y 7075, en función de la deformación plástica equivalente, ε , introducida en el procesado [48]. Un criterio sencillo sobre la aparición de la estricción localizada basado en el endurecimiento por deformación en la curva de tracción es el criterio de Considere, según el cual, la estricción localizada se forma cuando se produce la igualdad dada en la ecn. 2.1.

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \sigma \quad (2.1)$$

2.1.3 Comportamiento a alta temperatura

Como ya se ha expuesto en la introducción, el afino del tamaño de grano, además de un incremento en la resistencia mecánica de los materiales a T_a supone una mejora de su capacidad para deformarse superplásticamente. Sin embargo, las estructuras de (sub)grano obtenidas por SPD presentan un grave inconveniente, y es que son térmicamente inestables y tienden a engrosar rápidamente durante la deformación a temperatura. Este apartado está dedicado al comportamiento de las

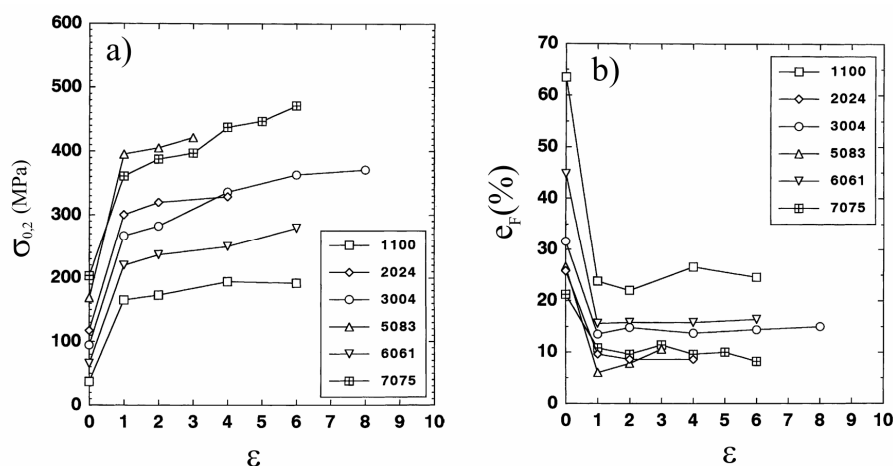


Fig. 2.4. Evolución con la deformación acumulada, ϵ , de a) límite elástico, $\sigma_{0.2}$; y b) alargamiento en tracción, e_F , de una serie de aleaciones de Al procesadas por ECAP a T_a [48].

microestructuras SPD a altas temperaturas. En primer lugar se consideró necesario proporcionar un resumen de los mecanismos de fluencia a alta temperatura en materiales policristalinos (ap. 2.1.3.1), en el que se ha hecho hincapié en la importancia del tamaño de grano. En segundo lugar (ap. 2.1.3.2), se plantea el problema de la inestabilidad térmica de las estructuras de (sub)grano obtenidas por SPD y su efecto en los mecanismo de fluencia, y se exponen estrategias para controlar la estabilidad térmica de las microestructuras.

2.1.3.1 Mecanismos de fluencia a alta temperatura

Se denomina fluencia a la deformación plástica de los sólidos en el tiempo a alta temperatura, típicamente $T > 0.5T_f$, siendo T_f la temperatura absoluta de fusión del sólido [49]. Durante la fluencia, un material se deforma permanentemente bajo la acción de fuerzas externas. Generalmente, la fluencia de materiales policristalinos se asocia a tres mecanismos que tienen lugar a escala atómica. Estos mecanismos son a) fluencia difusional b) deslizamiento de fronteras de grano y c) fluencia por movimiento de dislocaciones, que es el más común de los tres. En principio, se considera que estos tres mecanismos tienen lugar independientemente. Sin embargo, en algunos casos la deformación ocurrida por un mecanismo necesita acomodación por otro. Este es el caso del deslizamiento

de fronteras de grano, durante el cual la deformación se puede acomodar por movimiento de dislocaciones [50] o por difusión de vacantes [51]. Estos mecanismos son activados térmicamente y están controlados por la difusión de átomos. Son por lo tanto dependientes del tiempo y de la temperatura.

La tensión de fluencia, σ , es decir, la tensión a la que tiene lugar el flujo plástico, es función de la velocidad de deformación, $\dot{\epsilon}$, y la temperatura, T . La relación más general de estas variables, denominada ley potencial de la fluencia, es la siguiente [49]:

$$\dot{\epsilon} = A \left(\frac{\sigma}{E} \right)^n \exp \left(- \frac{Q}{RT} \right) \quad (2.2)$$

donde A es una constante, E es el módulo de Young, n es el exponente de la tensión, R es la constante de los gases y Q es la energía de activación correspondiente al mecanismo de deformación operativo. La ley potencial funciona hasta valores de $\dot{\epsilon}/D \leq 10^{13} \text{ m}^{-2}$. A valores mayores de $\dot{\epsilon}/D$, n aumenta gradualmente siguiendo una dependencia de tipo exponencial, por lo que se la ha denominado zona de “*power-law breakdown*” (ruptura de la ley potencial). Este comportamiento se da a temperaturas bajas y/o velocidades de deformación altas. La constante A representa principalmente la influencia de la microestructura. En general, los mecanismos de fluencia se pueden describir mediante la siguiente ecuación constitutiva:

$$\dot{\epsilon} = A' \left(\frac{\sigma}{E} \right)^n \left(\frac{b}{L} \right)^p \exp \left(- \frac{Q}{RT} \right) \quad (2.3)$$

donde A' es una constante, b es el vector de Burgers y p es una constante dependiente del mecanismo. Cada mecanismo de fluencia se puede describir por medio de la ley potencial y tiene valores específicos de n , p , y Q por los que quedan perfectamente diferenciados. En las secciones siguientes se hace un resumen de los mecanismos de fluencia.

2.1.3.1.1 Fluencia viscosa ($n=1$)

Fluencia difusional

Mediante este mecanismo, la deformación ocurre como resultado de transporte de materia por difusión de vacantes en lugar de por movimiento de dislocaciones. Este mecanismo operaría a temperaturas muy elevadas ($\sim 0,9T_f$), a las que la difusión es alta. La difusión es inducida por gradientes de tensiones, y los átomos fluyen de zonas de las fronteras de grano en compresión hacia zonas en tracción.

Los átomos pueden difundir por dos vías: a través de la red cristalina, o a lo largo de las fronteras de grano. En el primer caso, descrito por Nabarro [52] y Herring [53], los parámetros característicos en la ecn. (2.3) son $n=1$, $p=2$ y $Q=Q_R$. Coble [54], mostró que, cuando la difusión tiene lugar a lo largo de las fronteras de grano, la ley potencial es la ecn. (2.3) con $n=1$, $p=3$ y $Q=Q_{FG}$. Sus ecuaciones constitutivas se muestran en la Tabla 2.1.

Harper-Dorn

Fluencia por Harper-Dorn es un mecanismo de fluencia por dislocaciones que ha sido objeto de un gran interés en los últimos años. Se cree que el origen de este mecanismo de fluencia son las tensiones internas de la microestructura [55]. Este mecanismo suele aparecer a tensiones y velocidades de deformación muy bajas en materiales con tamaños de grano grandes, y las constantes de la ecn. (2.3) son $n=1$, $p=0$ y $Q=Q_R$. Su ecuación constitutiva se muestra en la Tabla 2.1.

2.1.3.1.2 Deslizamiento de fronteras de grano (DFG) ($n=2$)

La deformación tiene lugar por deslizamiento de dos granos vecinos a lo largo de su frontera común. Este mecanismo opera en materiales con tamaños de grano fino ($<15 \mu m$) separados por fronteras de grano altamente desorientadas en ciertas condiciones de σ y T , llamadas “ventana superplástica”. La consecuencia más importante de este mecanismo de deformación es que los materiales exhiben ductilidades muy altas y tensiones bajas. Además, a diferencia del mecanismo de fluencia por movimiento de dislocaciones, los granos permanecen esencialmente equiaxiales después de la deformación, y no reflejan las altas deformaciones a las que han sido sometidos.

Cuando el mecanismo de DFG es operativo, es necesario un mecanismo de acomodación de la deformación en las juntas triples. En la literatura se encuentran varios modelos que generalmente asocian el mecanismo de acomodación a difusión de vacantes [51] o a movimiento de dislocaciones [50,56-58]. En todos los modelos el exponente de la tensión es $n=2$ ($m=0,5$), excepto en el modelo de DFG acomodado por difusión de vacantes propuesto por Ashby y Verrall [51], que es $n=1$.

Ruano y Sherby [59] realizaron una revisión de datos experimentales presentes en la literatura sobre un grupo extenso de aleaciones deformadas por DFG y concluyeron que ninguno de los modelos previos predice correctamente la dependencia de $\dot{\epsilon}$ con σ . Ruano y Sherby ajustaron los datos de velocidad de deformación compensada por la difusión y tamaño de grano frente a tensión compensada por el módulo de Young de todas las aleaciones a rectas de pendiente $n=2$. El ajuste, mostrado en la Fig. 2.5, resultó en dos ecuaciones fenomenológicas según las cuales DFG está controlado por difusión, bien en frontera de grano, o bien a través de la red cristalina. Dependiendo de la temperatura de ensayo, el mecanismo es el DFG controlado por difusión a lo largo de las fronteras de grano ($0,4T_f < T < 0,6T_f$), en cuyo caso $n=2$, $p=3$ y $Q=Q_{FG}$ (Fig. 2.5a), o a través de la red ($T > 0,6T_f$), en cuyo caso $n=2$, $p=2$ y $Q=Q_R$ (Fig. 2.5b). A partir de todos los datos obtuvieron, según el intervalo de temperatura, dos ecuaciones fenomenológicas, donde K_3 y K_4 son constantes:

$$0,4T_f < T < 0,6T_f \quad \dot{\epsilon} = K_3 \left(\frac{b}{L} \right)^3 \left(\frac{\sigma}{E} \right)^2 \exp \left(- \frac{Q_{FG}}{RT} \right) \quad (2.4)$$

$$T > 0,6T_f \quad \dot{\epsilon} = K_4 \left(\frac{b}{L} \right)^2 \left(\frac{\sigma}{E} \right)^2 \exp \left(- \frac{Q_R}{RT} \right) \quad (2.5)$$

2.1.3.1.3 Fluencia por movimiento de dislocaciones

La deformación está controlada por el movimiento de las dislocaciones en la red cristalina y se esquematiza en la Fig. 2.6. Este mecanismo es independiente del tamaño de grano, y es el mecanismo normal en materiales policristalinos. Durante la deformación, los granos originales adoptan la deformación

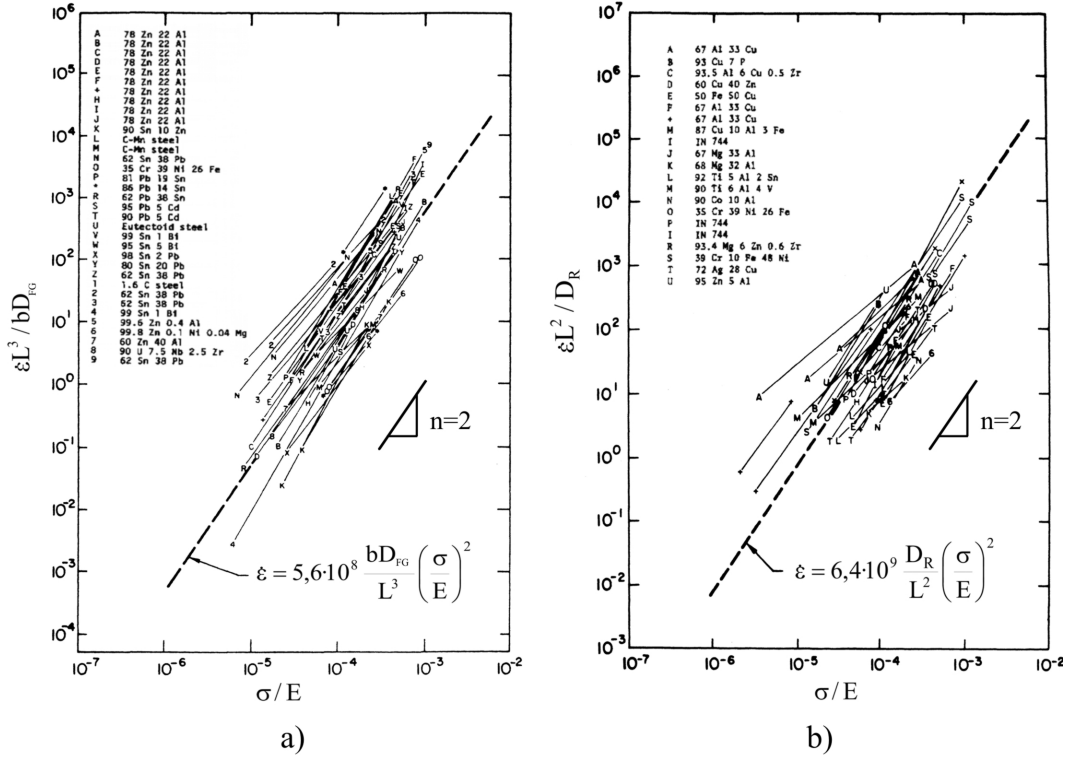


Fig. 2.5. Velocidad de deformación compensada por difusión y tamaño de grano frente a tensión compensada por el módulo de Young de aleaciones en las que el mecanismo DFG está controlado por difusión a) a lo largo de las fronteras de grano ($0,4T_f < T < 0,6T_f$), b) a través de la red cristalina ($T > 0,6T_f$) [59].

macroscópica impuesta. Así, después de un ensayo de tracción uniaxial, los granos originales exhiben morfologías alargadas en la dirección de tracción.

El movimiento de las dislocaciones implica dos procesos, que son el deslizamiento en los planos de deslizamiento y el trepado para superar los obstáculos. Son dos procesos secuenciales y por lo tanto, la velocidad de deformación total se puede expresar del siguiente modo:

$$\frac{1}{\dot{\epsilon}} = \frac{1}{\dot{\epsilon}_g} + \frac{1}{\dot{\epsilon}_c} \quad (2.6)$$

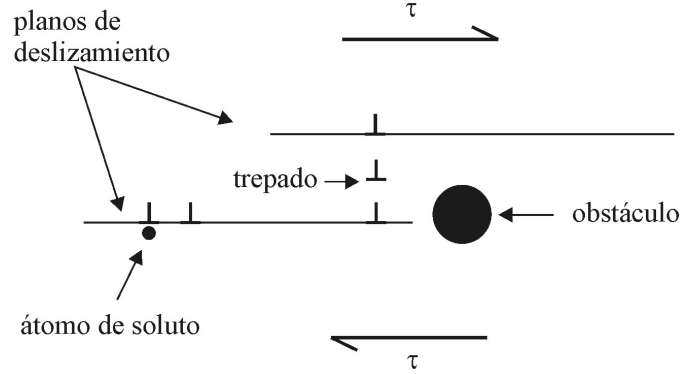


Fig. 2.6. Esquema ilustrativo del mecanismo de fluencia por movimiento de dislocaciones. Consiste en un proceso secuencial de deslizamiento en los planos de deslizamiento + trepado en los obstáculos al movimiento.

donde $\dot{\epsilon}$ es la velocidad de deformación total, y $\dot{\epsilon}_g$ y $\dot{\epsilon}_c$ representan la velocidad de deformación de deslizamiento y trepado de las dislocaciones, respectivamente. La ecn. (2.6) implica que el proceso más lento es el que controla la deformación, dependiendo de un proceso u otro, se distinguen dos tipos de mecanismos.

“Solute drag” (n=3)

En algunas aleaciones, bajo ciertas condiciones de $\dot{\epsilon}$ y T , el deslizamiento de las dislocaciones a lo largo de los planos de deslizamiento es más lento que la superación de los obstáculos por trepado. Este es el caso de algunas soluciones sólidas, normalmente denominadas soluciones sólidas de Clase I [49]. El movimiento de las dislocaciones en los planos de deslizamiento se frena por la interacción de éstas con las atmósferas de soluto. Debido a este efecto ralentizador de las atmósferas de soluto en el movimiento de dislocaciones, este caso es conocido por el nombre de “*solute drag*”. El modelo más aceptado es el de Weertman [60], que propuso la siguiente ley potencial:

$$\dot{\epsilon} = K_6 \frac{0,33kT\sigma^3}{\mu^4 b^5 e^2 c} \exp\left(-\frac{Q_s}{RT}\right) \quad (2.7)$$

donde K_6 es una constante, μ es el módulo de cizalla, c es la concentración de soluto, e es la diferencia de tamaños atómicos del soluto y del metal base y Q_s es la energía de activación para la difusión de los átomos de soluto en el metal base.

Este grupo de aleaciones es interesante desde el punto de vista de la ductilidad. Estos materiales muestran exponentes de la tensión $n=3$ que, aunque no es tan bajo como el mostrado generalmente por materiales superplásticos ($n=2$), supone la suficiente estabilidad plástica durante la deformación para exhibir ductilidades moderadas entre 200-400% [61-63]. Este tipo de materiales son tecnológicamente interesantes ya que, al tratarse de un mecanismo independiente del tamaño de grano, no es necesario realizar procesados termomecánicos de afino de grano para incrementar su ductilidad.

Fluencia controlada por trepado ($n=5$)

En la mayoría de las aleaciones y metales puros, denominados aleaciones de Clase II para diferenciarlos de los anteriores [49], el proceso más lento es el trepado. En este caso la velocidad de deformación se describe mediante la ecn. (2.8) que está basada en la ecn. (2.3) en la que $n=5$, $p=0$ y $Q=Q_R$ [49]:

$$\dot{\epsilon} = K_7 \left(\frac{\sigma}{E} \right)^5 \exp \left(- \frac{Q_R}{RT} \right) \quad (2.8)$$

Durante la deformación mediante este mecanismo, es característica la formación de una estructura de subgranos cuyo tamaño medio es inversamente proporcional a la tensión de fluencia en estado estacionario tal y como se predice en la ecn. (2.9):

$$\frac{\lambda}{b} = M \left(\frac{\sigma}{E} \right)^{-1} \quad (2.9)$$

donde λ es el tamaño de subgrano y M una constante que toma valores alrededor de 4 para muchos metales y aleaciones [49].

Hay casos, como en aleaciones reforzadas por una dispersión homogénea de precipitados, en los que el tamaño de subgrano está condicionado por la distancia entre las partículas, y permanece constante independientemente de la tensión aplicada. Sherby y col. [64] mostraron que, cuando se logra estabilizar una subestructura constante, la dependencia de la tensión con λ conduce a una dependencia de la velocidad de deformación proporcional a λ^3 . De este modo, la ecuación fenomenológica de la fluencia por trepado de las dislocaciones a subestructura constante queda:

$$\dot{\epsilon} = K_8 \left(\frac{\sigma}{E} \right)^8 \left(\frac{\lambda}{b} \right)^3 \exp \left(-\frac{Q_R}{RT} \right) \quad (2.10)$$

En la Tabla 2.1 se resumen las ecuaciones constitutivas de los tres mecanismos de fluencia descritos en términos de los parámetros n , p y Q

Tabla 2.1. Ecuaciones constitutivas de los mecanismos de fluencia en materiales policristalinos.

Mecanismo	Ecuación de fluencia
<i>Fluencia difusional</i>	
<i>Nabarro-Herring</i>	$\dot{\epsilon} = K_1 \left(\frac{\sigma}{E} \right) \left(\frac{b}{L} \right)^2 \exp \left(-\frac{Q_R}{RT} \right)$
<i>Coble</i>	$\dot{\epsilon} = K_2 \left(\frac{\sigma}{E} \right) \left(\frac{b}{L} \right)^3 \exp \left(-\frac{Q_{FG}}{RT} \right)$
<i>Deslizamiento de fronteras de grano</i>	
Controlado por D_R	$\dot{\epsilon} = K_3 \left(\frac{\sigma}{E} \right)^2 \left(\frac{b}{L} \right)^2 \exp \left(-\frac{Q_R}{RT} \right)$
Controlado por D_{FG}	$\dot{\epsilon} = K_4 \left(\frac{\sigma}{E} \right)^2 \left(\frac{b}{L} \right)^3 \exp \left(-\frac{Q_{FG}}{RT} \right)$
<i>Movimiento de dislocaciones</i>	
<i>Harper-Dorn</i>	$\dot{\epsilon} = K_5 \left(\frac{\sigma}{E} \right) \exp \left(-\frac{Q_R}{RT} \right)$
<i>“Solute Drag”</i>	$\dot{\epsilon} = K_6 \left(\frac{\sigma}{E} \right)^3 \exp \left(-\frac{Q_S}{RT} \right)$
Trepado de las dislocaciones	$\dot{\epsilon} = K_7 \left(\frac{\sigma}{E} \right)^5 \exp \left(-\frac{Q_R}{RT} \right)$
Subestructura constante.	$\dot{\epsilon} = K_8 \left(\frac{\sigma}{E} \right)^8 \left(\frac{\lambda}{b} \right)^3 \exp \left(-\frac{Q_R}{RT} \right)$

Nota: K_1 - K_8 son constantes.

2.1.3.2 Comportamiento de materiales SPD

Como se comentó anteriormente, la disminución del tamaño de grano y el aumento de la desorientación de las fronteras favorece la activación del mecanismo de DFG en la deformación a alta temperatura ($T > 0,5T_f$), aumentando enormemente la ductilidad. El afino de grano en aleaciones de Al se ha producido tradicionalmente mediante el uso de procesos termomecánicos de deformación en frío y recristalización específicos de cada aleación procesada. Un ejemplo es el ciclo esquematizado en la Fig. 2.7 para el afino de grano de una aleación Al 7075 mostrado por Wert y col. en [65]. Mediante las etapas de puesta en solución sólida y sobre-envejecimiento se desarrolla una distribución de partículas de diámetros $> 0,5 \mu\text{m}$. Les sigue una etapa de deformación a temperaturas entre 20-200°C en la que aumenta la densidad de dislocaciones. En la última etapa, se produce recristalización estimulada por las partículas [66] siendo la alta densidad de dislocaciones la fuerza impulsora para la recristalización. Como resultado de este procesado termomecánico se forma una microestructura consistente en granos equiaxiales térmicamente estables con tamaños $\sim 10 \mu\text{m}$ con una fracción elevada de fronteras de ángulo alto. Estos tamaños de grano son suficientemente pequeños para mostrar superplasticidad a temperaturas superiores a 500°C en aleaciones de Al [67].

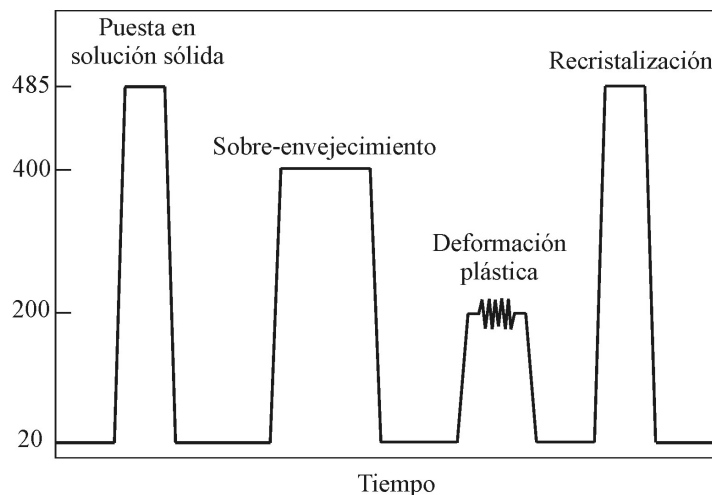


Fig. 2.7. Esquema de tratamiento termomecánico clásicamente utilizado para el afino de grano en una aleación de Al 7075 [65]

El tamaño de grano obtenido mediante procesos por SPD es más de un orden de magnitud menor que el obtenido mediante procesos similares al descrito en la Fig. 2.7. Por este motivo, desde las primeras publicaciones sobre procesos por SPD, se ha realizado un gran esfuerzo en la mejora del comportamiento superplástico en diferentes materiales. En aleaciones de Al procesadas por ECAP se ha conseguido registrar grandes alargamientos en tracción ($>2000\%$) en condiciones de T más bajas y $\dot{\epsilon}$ más altas de lo habitual. Uno de los primeros ejemplos encontrados en la literatura de ECAP es una aleación Al-Mg-Li-Zr que mostró alargamientos de 970% y 1180% a $T=350^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon}=10^{-1}-10^{-2} \text{ s}^{-1}$ [15]. Por lo tanto, el procesado por ECAP presenta, a priori, dos ventajas con respecto a los procesos termomecánicos clásicos. En primer lugar, los tamaños de grano ultrafinos producidos conducen a superplasticidad a temperaturas menores; y, en segundo lugar, no es necesario un tratamiento específico en cada aleación.

Sin embargo, las microestructuras ultrafinas producidas por SPD tienen un grave inconveniente al someterse a temperaturas elevadas, que es el crecimiento de grano. Las microestructuras ultrafinas son inestables térmicamente y tienden a crecer rápidamente, con lo que a partir de una temperatura determinada las propiedades ganadas durante el procesamiento se pierden. Hasegawa y col. [68] hicieron un estudio de la estabilidad de los granos ultrafinos sometiendo Al puro y una aleación Al-3%Mg procesados por ECAP a recocidos isocronos de 1 h a diferentes temperaturas; los resultados se muestran en la Fig. 2.8. Los tamaños de grano, inicialmente de $\sim 1 \mu\text{m}$ en el Al puro y submicrométricos en la aleación de Al-3%Mg se mantienen estables hasta $\sim 200^\circ\text{C}$. A partir de dicha temperatura se observa un crecimiento de grano importante. A 250°C aumenta a $\sim 8 \mu\text{m}$, y a 300°C es superior a $20 \mu\text{m}$. Según estos resultados, cualquier posibilidad de deformación superplástica por el mecanismo de DFG en estos materiales se ha perdido a temperaturas entre $250-300^\circ\text{C}$.

Una estrategia que se está siguiendo para estabilizar los tamaños de grano consiste en la adición de elementos en la composición que formen precipitados estabilizadores en las fronteras de grano. Pequeños porcentajes ($0,1-0,2\%$ en masa) de Zr y/o Sc suponen la formación de una distribución de dispersoides de estequiometría Al_3Zr y Al_3Sc que inhiben la migración de las fronteras de grano a altas temperaturas. De este modo se consigue mantener un tamaño de grano fino, incluso submicrométrico, hasta temperaturas $\sim 400^\circ\text{C}$. Por ejemplo, Berbon y col. [69] procesaron Al-0,2%Sc y Al-3%Mg-0,2%Sc mediante ECAP en las mismas condiciones que el Al puro y Al-3%Mg mostrados en la Fig. 2.8. Igualmente, las

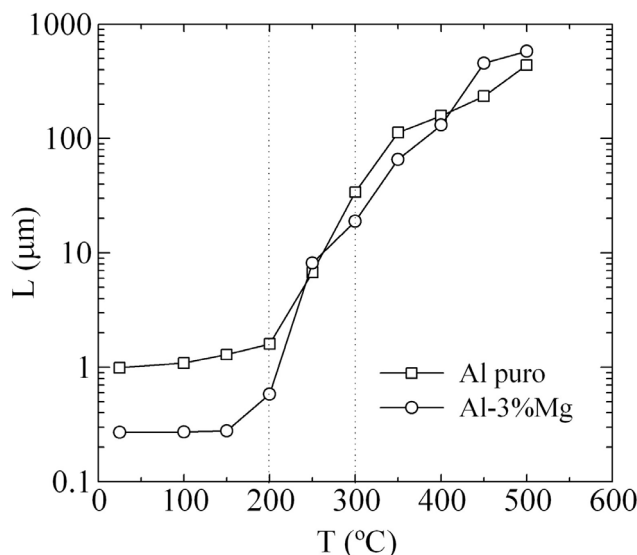


Fig. 2.8. Tamaño de grano (L) frente a temperatura de recocido (T) de Al puro y Al-3%Mg procesadas por ECAP y recocidas durante 1h a diferentes temperaturas [68]

aleaciones procesadas se sometieron a recocidos isócronos de 1 h a distintas temperaturas y midieron los tamaños de grano. Los resultados se muestran en la Fig. 2.9 superpuestos a los resultados de la Fig. 2.8. La adición de 0,2%Sc a la composición original mejoró la estabilidad térmica de la estructura de grano, lo que supuso deformaciones superplásticas de ~1000-1500% a temperaturas de 400-450°C y $\dot{\epsilon}=10^{-2} \text{ s}^{-1}$. La adición de Sc y Zr a la composición de aleaciones de Al procesadas por ECAP ha supuesto una mejora de la deformación superplástica en numerosas aleaciones, por ejemplo, aleaciones de la serie 5xxx modificada con Sc [70,71], y en aleaciones de la serie 7xxx modificada con Zr [72-75].

Otra estrategia, que se sigue en esta investigación, consiste en la optimización de las rutas de procesamiento para desarrollar microestructuras superplásticas a temperaturas inferiores a la temperatura de engrosamiento excesivo de los granos. El objetivo es aprovechar un cierto intervalo de temperaturas intermedias, cercanas a $0,5T_f$, a las que el tamaño de grano se mantiene razonablemente estable durante la deformación plástica, y optimizar la microestructura con el fin de observar superplasticidad a estas temperaturas. Esta estrategia es tecnológicamente interesante debido al gran ahorro energético que supone el procesar a temperaturas más bajas de lo habitual. Además, las adiciones

de Sc y Zr son caras, por lo que esta segunda estrategia supone un ahorro extra, al no ser necesarios estos elementos en la composición. En algunas aleaciones de Al procesadas por otras técnicas de SPD se han obtenido deformaciones superplásticas a temperaturas cercanas a $0,5T_f$. Las primeras observaciones fueron realizadas por McFadden y col. [16], que observaron superplasticidad a 250°C en una aleación de Al 1421 procesada por HPT. Más tarde, se han publicado otros trabajos en aleaciones de Al procesadas por HPT y FSP que muestran resultados similares, es decir, deformación superplástica a temperaturas cercanas a $0,5T_f$ [18,76]. Hasta la fecha, no hay bibliografía sobre este tema concreto en aleaciones de Al procesadas por ECAP.

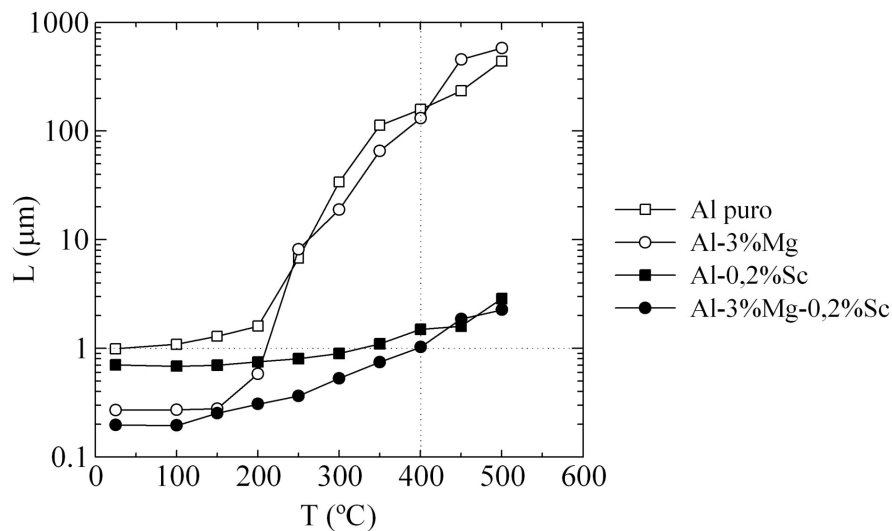


Fig. 2.9. Tamaño de grano (L) frente a temperatura de recocido (T) de Al puro y Al-3%Mg sin y con adiciones de Sc, procesadas por ECAP y recocidas durante 1 h a diferentes temperaturas [69].

2.1.4 Aleaciones Al 7075 y Al-7%Si por ECAP hasta la fecha

2.1.4.1 Al 7075

No muchos grupos de investigación han publicado trabajos sobre la mejora de las propiedades mecánicas de la aleación Al 7075 mediante procesado por ECAP. Zhao y col. [43,77] procesaron por ECAP a T_a por ruta B_C muestras de una aleación Al 7075 en estado de solución sólida. Tras el procesado, la aleación se dejó madurar naturalmente durante 1 mes. Tras dicho procesado, la resistencia de la aleación había aumentado ~25% hasta una carga máxima en tracción de 720 MPa. Este resultado, que supone el record de resistencia obtenido hasta la fecha en la aleación Al 7075 procesada por ECAP, es resultado del afino de grano y precipitación de zonas de Guinier-Preston y fase η' en el interior de los granos ultrafinos. Estos autores no analizaron las propiedades mecánicas a alta temperatura.

Respecto a la mejora de la deformación superplástica mediante ECAP, sólo un grupo ha publicado trabajos en una aleación Al 7075 comercial. Málek y col. [39,41] procesaron por ECAP a 200-300°C por ruta B_C una aleación de Al 7075. En tracción a alta temperatura, registraron alargamientos ~200% a $T=300^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, valor en el límite de los alargamientos normalmente realizados en conformado superplástico. Por encima de una temperatura de ensayo de 300°C, el grano crecía demasiado y se perdía la microestructura desarrollada en el procesado. Recientemente, el grupo de Málek y col. ha publicado una investigación en una aleación Al 7075 con adiciones de Sc y Zr [78]. Gracias a la estabilidad proporcionada por los precipitados $\text{Al}_3(\text{Zr},\text{Sc})$, la microestructura se muestra térmicamente estable hasta una temperatura de 350°C, a la que se observan alargamientos de ~520% a $\dot{\epsilon} \approx 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

2.1.4.2 Al-7%Si

Al igual que en el caso anterior, dado que generalmente son materiales frágiles y difíciles de procesar, existen pocos trabajos en la bibliografía que traten la utilización de ECAP para el procesado de aleaciones de Al-Si. Las primeras publicaciones son de Ma y col., que mediante el uso de un diseño de matriz rotatoria, RD-ECAP, procesaron aleaciones Al con 7% [79], 11% [80-82] y 23% [83] de Si. Los procesados se realizaron generalmente a temperaturas entre 300 y 400°C y siempre utilizando la misma ruta de procesado (ruta A, ver ap. 2.2.2.3).

Mediante el procesado observaron cierta homogeneización y fragmentación de las partículas de Si eutéctico que resultaron en una mejora de la tenacidad de las aleaciones a T_a , mostrándose más dúctiles que las aleaciones de colada. Sin embargo, a pesar de haberlas sometido a deformaciones equivalentes muy elevadas ($\varepsilon=32$), la resistencia prácticamente no aumentó, probablemente debido a las altas temperaturas de procesado.

En un trabajo reciente, se procesó una aleación Al-7%Si a T_a hasta deformaciones $\varepsilon \sim 7$ mediante ruta A en una matriz de ECAP de ángulo $2\phi=120^\circ$ y se observó una mejora en la ductilidad del material debida a cierta distribución de la estructura dendrítica [84]. Además, el procesado a T_a condujo a un incremento notable de la resistencia del material, con respecto al material de colada.

Parte del trabajo sobre la aleación Al-7%Si expuesto en la presente Tesis Doctoral ha sido publicado recientemente en revistas internacionales [85-88]. La investigación realizada supone un avance en la comprensión del efecto de las rutas de procesado, por un lado, en la homogeneización de la microestructura dendrítica y en su efecto en la ductilidad en posteriores deformaciones; y, por otro lado, en el mecanismo de afino de grano de las dendritas de Al primario. En el cap. 5 se exponen extensamente los resultados.

2.2 Aspectos geométricos de ECAP y HPT

2.2.1 Cizalla simple en una pasada de ECAP

En la Fig. 2.10 se ilustra en tres dimensiones la idea básica de una pasada de ECAP. La matriz de ECAP consiste en un bloque de un metal de alta resistencia que contiene dos canales con la misma sección que intersecan formando un cierto ángulo 2ϕ . En la Fig. 2.10 se muestra un ejemplo de matriz en la que se ha seleccionado $2\phi=90^\circ$ por ser el ángulo utilizado en la presente Tesis Doctoral. Una probeta del material que va a ser procesado se mecaniza con forma de barra de igual sección que los canales de la matriz y se introduce en el canal de entrada (Fig. 2.10a). Tras la muestra se introduce un pistón de igual sección que el canal de entrada. Mediante el uso de una prensa hidráulica el pistón ejerce una fuerza F_p sobre la probeta, de forma que es extruida a través de la esquina de ángulo 2ϕ que forman los canales de entrada y salida (Fig. 2.10b y c).

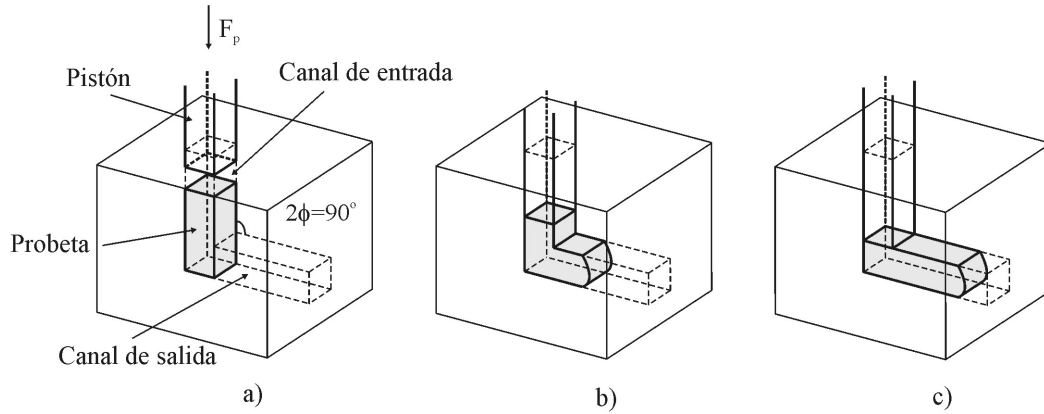


Fig. 2.10. Esquema de una pasada de ECAP en una matriz de ángulo $2\phi=90^\circ$ representando la situación de la muestra a) en el canal de entrada antes de comenzar la pasada; b) durante la pasada y c) al final de la pasada.

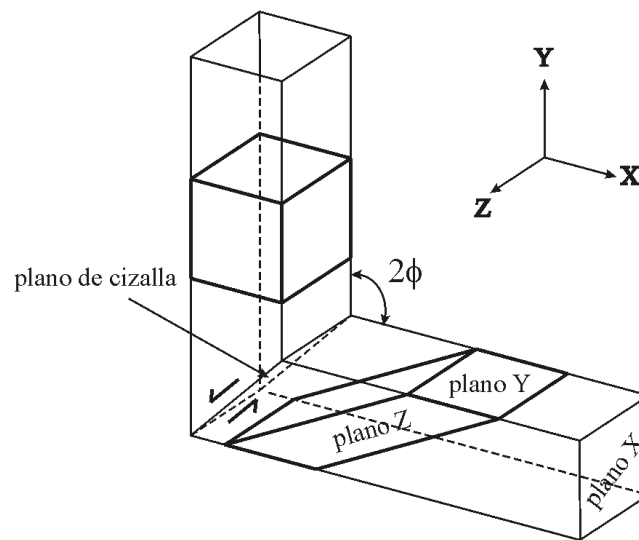


Fig. 2.11. Deformación por cizalla simple producida por ECAP en una matriz de ángulo 2ϕ . Sistema de referencia XYZ utilizado a lo largo del presente trabajo

En la Fig. 2.11 se muestra la distorsión sufrida por un cubo tras su paso por la esquina. También se incluye el sistema de referencia que se va a utilizar de aquí en adelante. La deformación ocurrida en una pasada consiste en cizalla simple. El plano de cizalla es el plano definido por la intersección de los canales de entrada y salida de la matriz; la dirección y sentido de la cizalla está indicado por las

flechas a ambos lados del plano. Al no haber deformación neta en la dirección transversal Z, se trata de un proceso de deformación plana. Por lo tanto, el análisis geométrico se puede llevar a cabo en el plano del flujo plástico, que a partir de ahora queda definido como plano Z, por ser perpendicular a dicha dirección. Los otros planos indicados en la Fig. 2.11, que serán importantes en capítulos posteriores, son el plano superior, denominado plano Y, y el plano de la sección transversal, denominado plano X.

La Fig. 2.12 muestra la distorsión de un elemento cuadrado ABCD en el plano Z, que se transforma en el paralelogramo A'B'C'D' tras una pasada por el plano de cizalla en un ECAP ideal con ángulo de intersección 2ϕ . La deformación de cizalla acumulada se calcula atendiendo a la geometría mostrada en la Fig. 2.12, siendo $\gamma = \overline{D'Q} / \overline{C'Q}$. Como $\overline{C'Q} = AD$ y $\overline{D'Q} = 2AD \cdot \text{ctg}(\phi)$, la deformación γ viene dada en función del ángulo de intersección de los canales de entrada y salida, por la siguiente expresión [4]:

$$\gamma = 2 \cdot \text{ctg}(\phi) \quad (2.11)$$

La deformación equivalente ε se calcula utilizando la siguiente expresión [89]:

$$\varepsilon = \left[\frac{2(\varepsilon_{X'}^2 + \varepsilon_{Y'}^2 + \varepsilon_{Z'}^2) + \frac{\gamma_{Z'}^2 + \gamma_{Y'}^2 + \gamma_{X'}^2}{2}}{3} \right]^{1/2} \quad (2.12)$$

donde $\varepsilon_{X'}$, $\varepsilon_{Y'}$ y $\varepsilon_{Z'}$ son las componentes de la deformación en los ejes X', Y' y Z'; y $\gamma_{X'}$, $\gamma_{Y'}$ y $\gamma_{Z'}$ las componentes de deformación de cizalla en los planos perpendiculares a X', Y' y Z'. Sustituyendo $\varepsilon_{X'} = \varepsilon_{Y'} = \varepsilon_{Z'} = \gamma_{Z'} = \gamma_{X'} = 0$ y $\gamma_{Y'} = \gamma$ (dada por ecn. (2.11)), la deformación equivalente, en función del ángulo de intersección, es:

$$\varepsilon = \frac{2}{\sqrt{3}} \text{ctg}(\phi) \quad (2.13)$$

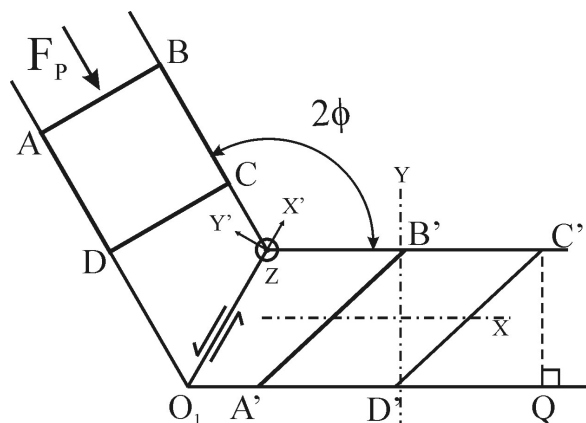


Fig. 2.12. Deformación por cizalla simple producida por ECAP en una matriz de ángulo 2ϕ . Vista del plano de flujo plástico (plano Z).

Cuando una muestra se somete a un número N de pasadas, las deformaciones de cizalla y equivalente totales son iguales al producto de N por la deformación acumulada en cada pasada:

$$\gamma = 2N \cdot \text{ctg}(\phi) \quad (2.14)$$

$$\varepsilon = \frac{2N}{\sqrt{3}} \text{ctg}(\phi) \quad (2.15)$$

2.2.2 Variables de procesado por ECAP

2.2.2.1 Ángulo de intersección 2ϕ

Dado que la deformación producida es función del ángulo de intersección de los canales de entrada y salida, en principio se pueden diseñar matrices de ECAP con ángulos de intersección comprendidos entre 0 y 180° . En la Fig. 2.13 se representa la deformación equivalente, ε , frente al número de pasadas N (ecn. (2.15)) para diferentes ángulos de intersección. Cuanto menor es 2ϕ , mayor es la deformación producida por pasada.

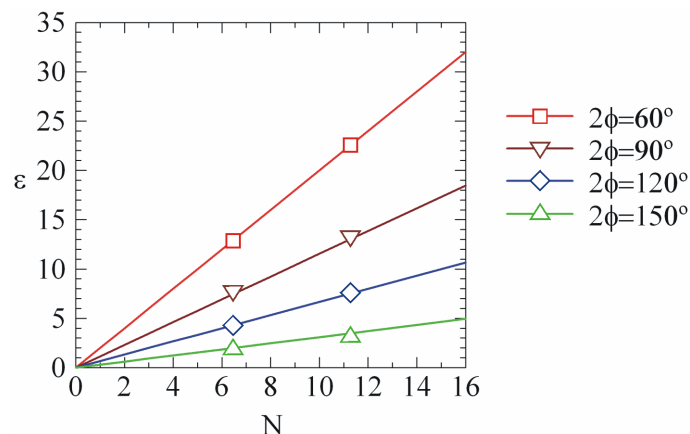


Fig. 2.13. Valor de la deformación equivalente, ε , frente a número de pasadas, N , en matrices de ECAP con diferentes ángulos de intersección $2\phi=60-150^\circ$.

En la práctica, cuanto menor es 2ϕ es necesario realizar más fuerza para llevar a cabo cada pasada, F_p , y como consecuencia, la resistencia de los materiales escogidos para el mecanizado de matrices de ECAP limitan el ángulo de intersección, siendo el mínimo valor de 2ϕ empleado en la literatura igual a 60° [90]. Los diseños más utilizados hasta ahora incluyen ángulos de 90° (de acuerdo con las ecns. (2.11) y (2.13), $\gamma=2$ y $\varepsilon=1,15$) y 120° ($\gamma=1,15$ y $\varepsilon=0,67$).

2.2.2.2 Ángulo de alivio 2ψ

Una solución para facilitar el paso de las muestras por la intersección consiste en mecanizar los canales de forma que la esquina externa (O_1 en la Fig. 2.12) acabe en forma redondeada como se muestra en la Fig. 2.14. La amplitud del área circular se suele dar en función del ángulo $\overline{MO_2N}=2\psi$, que se denomina ángulo de alivio. Las deformaciones de cizalla y equivalente se calculan de idéntica forma a las ecn. (2.14) y (2.15) ($2\psi=0^\circ$), siendo las deformaciones para el caso general [89]:

$$\gamma = N \cdot [2 \cdot \operatorname{ctg}(\phi + \psi) + \psi \cdot \operatorname{cosec}(\phi + \psi)] \quad (2.16)$$

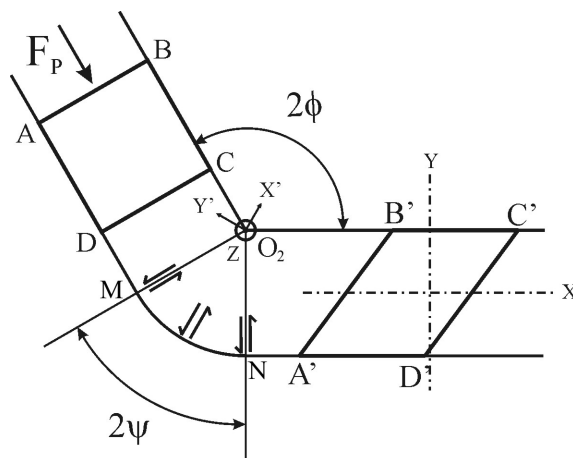


Fig. 2.14. Deformación por cizalla simple producida por ECAP en una matriz de ángulo 2ϕ con ángulo de alivio $2\psi > 0$. Vista del plano de flujo plástico (plano Z).

$$\varepsilon = \frac{N}{\sqrt{3}} \cdot [2 \cdot \operatorname{ctg}(\phi + \psi) + \psi \cdot \operatorname{cosec}(\phi + \psi)] \quad (2.17)$$

La ventaja del procesado a través de un canal con cierto ángulo $2\psi > 0^\circ$ supone la reducción de la fuerza F_p necesaria para realizar una pasada en comparación con el caso de un canal sin ángulo de alivio. Este hecho permite el procesado de materiales de mayor resistencia que los procesados en un canal con ángulo $2\psi = 0^\circ$. Sin embargo, cuanto mayor es 2ψ la deformación de cizalla en cada pasada es menor y queda menos concentrada en el plano de intersección de los canales, resultando menores los efectos de la deformación en la microestructura [91].

2.2.2.3 Rutas de procesado por ECAP

Como ya ha sido mencionado, una de las cualidades del procesado por ECAP frente a otros procesados como laminación, extrusión y forja, es la constancia de la sección transversal de las muestra después de una pasada. Este hecho permite la reinserción de dicha muestra en el canal de entrada y su extrusión un número indefinido de veces. Idealmente, se le puede someter a la cantidad de deformación acumulada que se desee. Además, otro punto importante

del procesado por ECAP es la posibilidad de extruir una muestra por diferentes rutas de procesado dependiendo de la rotación de la misma entre pasadas. Se han propuesto numerosas variaciones y combinaciones, pero las rutas más empleadas son, según la notación de Segal [92] y Furukawa y col. [93], las rutas A, B_A, B_C y C. La diferencia entre ellas es la rotación de la muestra respecto a su eje longitudinal entre el fin de una pasada y la reinserción en el canal de entrada. Esto se muestra en la Fig. 2.15:

- **Ruta A** (Fig. 2.15a): No hay rotación de la muestra entre pasadas. Se reintroduce en el canal de entrada en la misma posición que se introdujo en la pasada anterior.
- **Ruta B_A** (Fig. 2.15b): La muestra se rota 90° alrededor de su eje longitudinal pero, a diferencia de la ruta B_C, alternando el sentido de rotación cada pasada.
- **Ruta B_C** (Fig. 2.15c): La muestra se rota 90° alrededor de su eje longitudinal siempre en el mismo sentido de rotación. Se vuelve a la posición inicial de la muestra cada 4 pasadas ($90^\circ \times 4 = 360^\circ$).
- **Ruta C** (Fig. 2.15d): La muestra se rota 180° alrededor de su eje longitudinal entre pasadas. Se vuelve a la posición inicial de la muestra cada 2 pasadas ($180^\circ \times 2 = 360^\circ$).

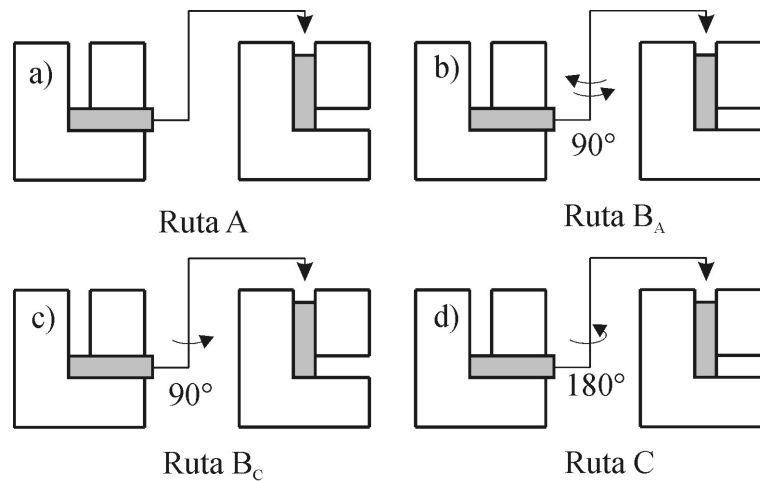


Fig. 2.15. Esquema de las diferentes rotaciones de la probeta en cada ruta de procesado a) A, b) B_A, c) B_C y d) C.

2.2.3 Geometría de la deformación en HPT

“*High-pressure torsion*”, HPT, es otra técnica de procesado por SPD. El sistema HPT es una evolución del sistema que Bridgman utilizó para realizar sus experimentos en grandes deformaciones [3]. HPT comenzó a utilizarse para el procesado de materiales con grano fino en la actual Yekaterinburg, Rusia, por Smirnova y col. [5] en 1986. Consiste en la realización de deformaciones de cizalla muy elevadas gracias a la aplicación de altas presiones hidrostáticas en los materiales. Mediante esta técnica es posible procesar prácticamente cualquier metal.

En la Fig. 2.16a se muestra un esquema de un dispositivo HPT. Consiste en un sistema formado por dos yunques cuyas dos superficies enfrentadas están perfectamente paralelas. Uno de los yunques está fijo, y el otro puede rotar alrededor del eje Z. Una muestra cilíndrica del material que se desea procesar se coloca entre los dos yunques con su eje alineado con el eje Z del sistema HPT. La deformación se ejerce del siguiente modo: mediante una prensa hidráulica se ejerce una presión, P, sobre la muestra, usualmente elevada, y el yunque superior rota. La deformación de cizalla simple realizada en la probeta se esquematiza en la Fig. 2.16b. El cálculo de la deformación de cizalla, γ , se ha realizado para el caso de un punto A de la superficie en contacto con el yunque móvil, situado a una distancia r cualquiera del eje del disco (eje Z). Después de una rotación de un ángulo θ , el punto A se ha desplazado hasta situarse en A'. El punto B, situado en la superficie de contacto con el yunque fijo, no se desplaza. La deformación de cizalla se calcula mediante la siguiente expresión:

$$\gamma = \frac{\overline{AA'}}{t} \quad (2.18)$$

donde t es el espesor del disco después de la aplicación de la presión. Dado que $\overline{AA'} = \theta \cdot r$, y θ se puede escribir en función del número de revoluciones, N, como $\theta = 2\pi N$, la ecn. (2.18) queda del siguiente modo [1]:

$$\gamma = \frac{2\pi Nr}{t} \quad (2.19)$$

De la ecn. (2.19) se deduce que la deformación introducida en la probeta no es homogénea, sino que depende de la distancia al centro del disco procesado, r.

Como ya ha sido observado [94,95] y se verá más adelante en la presente Tesis Doctoral, esta dependencia tiene implicaciones en el desarrollo de las microestructuras y en las propiedades mecánicas.

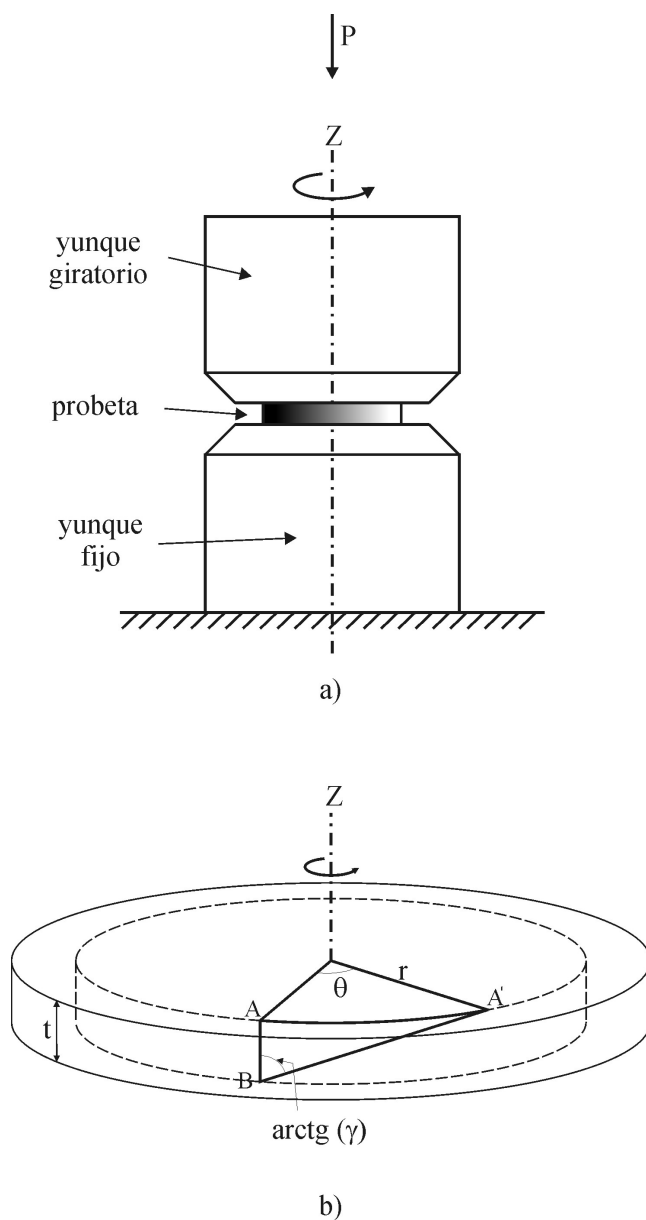


Fig. 2.16. Esquema de un sistema de HPT a) situación de la probeta entre un yunque fijo y otro giratorio; b) deformación por cizalla ocurrida durante el procesado por HPT.

2.3 Texturas de deformación

La textura en un material policristalino es la distribución preferente de las orientaciones cristalográficas de los granos que forman su microestructura. Un material en el que las orientaciones se distribuyen de manera aleatoria se dice que no tiene textura. En cambio, si en un material se observa que los granos se orientan preferentemente, se dice que dicho material está texturado. Los ejemplos de materiales que no presentan textura después de su obtención y/o procesado son muy escasos. Normalmente, la textura aparece en los materiales ya durante la solidificación. Los materiales sometidos a procesos termomecánicos, que implican deformación plástica (laminado, forja, etc), generalmente presentan una textura de deformación tras el procesado. Las texturas de deformación son características tanto del material como del procesado al que ha sido sometido. En ingeniería, el control de la textura de los materiales es imprescindible, ya que tiene un efecto muy importante en muchas propiedades físicas del material como el módulo de Young, módulo de Poisson, resistencia mecánica, ductilidad, tenacidad, permeabilidad magnética, conductividad eléctrica, etc.

La textura de un material se ha medido clásicamente mediante técnicas de difracción de rayos X (DRX). Aunque actualmente la DRX sigue siendo la técnica más utilizada en el estudio estadístico de texturas (generalmente denominada macrotextura), la difracción de neutrones ofrece otras posibilidades en el estudio de la textura gracias a la mayor penetración de los neutrones en el material. A menor escala, las técnicas de difracción de electrones en los microscopios electrónicos de transmisión y barrido complementan las técnicas anteriores, ya que relacionan directamente la textura de un material con su microestructura. Estas técnicas, denominadas técnicas de microtextura para diferenciarlas de las anteriores, han cobrado una gran importancia en la caracterización microestructural de los materiales, en particular los de grano fino, sobre todo desde el desarrollo de la técnica “*Electron back-scatter diffraction*”, EBSD (o difracción de electrones retrodispersados). Mediante EBSD es posible la identificación automatizada de orientaciones cristalográficas y la construcción de mapas que revelan la textura adoptada por cada grano en el área observada. En el presente trabajo se han realizado medidas de la microtextura de los materiales procesados mediante dos técnicas de difracción de electrones. En la aleación Al-7%Si se llevaron a cabo medidas mediante EBSD acoplado a un microscopio electrónico de barrido (MEB) en la NPS de Monterey. En la aleación de Al 7075 se obtuvieron medidas mediante una técnica de identificación automática de

patrones de difracción de Bragg llamada “*Automated crystallographic orientation mapping*” (ACOM) acoplada a un microscopio electrónico de transmisión (MET), en la ENSP de Grenoble. Una descripción más detallada de los equipos utilizados se proporciona en el capítulo 3 dedicado a las técnicas experimentales.

Como ya se ha expuesto anteriormente, los materiales sometidos a procesos que implican deformación plástica generalmente presentan una textura de deformación tras el procesado. En el presente trabajo se ha analizado la microtextura de dos aleaciones de Al y las texturas encontradas son texturas de laminación y de ECAP. A continuación se hace una breve introducción sobre las texturas de laminación y de ECAP en Al.

2.3.1 Representación de la textura

La textura se puede representar de diferentes maneras, pero todas representan la posición relativa entre el sistema de coordenadas de la muestra, sistema S y el cristalográfico, sistema C. Ambos son sistemas de ejes cartesianos, y se esquematizan en la Fig. 2.17.

El sistema de coordenadas de la muestra $S = \{s_1, s_2, s_3\}$ se elige de acuerdo con direcciones asociadas al procesado que ha recibido la muestra. Por ejemplo, el sistema de coordenadas de la muestra en ECAP es el sistema $S = \{X, Y, Z\}$ definido en la Fig. 2.11.

El sistema de coordenadas cristalográfico $C = \{c_1, c_2, c_3\}$ es específico de la

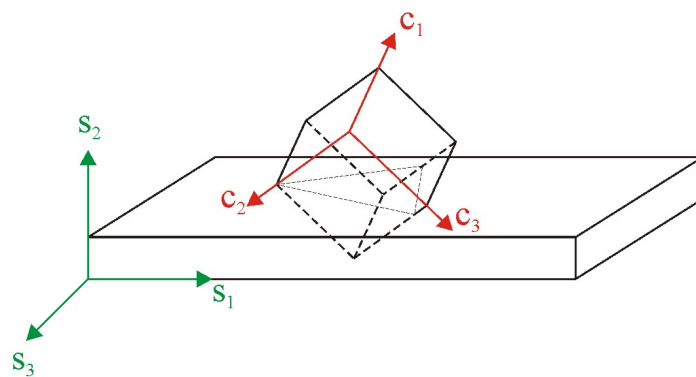


Fig. 2.17. Esquema de una celda cúbica de sistema de coordenadas $C = \{c_1, c_2, c_3\}$ orientada arbitrariamente en una muestra de sistema de coordenadas $S = \{s_1, s_2, s_3\}$.

estructura cristalina del material analizado. En materiales con red cúbica, los ejes del sistema C son las direcciones $[100]$, $[010]$ y $[001]$, que forman un sistema de coordenadas ortonormal.

A continuación se describen las formas más comunes de representación de texturas, que son las *figuras de polos*, *figuras inversas de polos* y *el espacio de Euler*.

2.3.1.1 Figura de polos

Las figuras de polos son el método más común para representar la textura, que representan el sistema de coordenadas cristalográfico con respecto al sistema de ejes de la muestra analizada. Son representaciones de determinadas familias de planos (hkl) en la proyección estereográfica de la “esfera de referencia unitaria”, cuyos ejes son paralelos a los del sistema de referencia de la muestra analizada. En la Fig. 2.18 se muestra el proceso de construcción de una figura de polos correspondiente a la orientación individual la familia de planos $\{100\}$ de una celda unidad cúbica.

Normalmente, una única figura de polos no proporciona toda la información necesaria para caracterizar correctamente la textura y son necesarias figuras de polos correspondientes a otras familias de planos. En materiales CCC son necesarias tres figuras de polos, normalmente se representan las correspondientes a las familias de planos $\{001\}$, $\{011\}$ y $\{111\}$.

2.3.1.2 Figura inversa de polos

En ocasiones es útil conocer la dirección cristalina paralela a una dirección del sistema de ejes de la muestra, como por ejemplo el eje de laminación en una muestra laminada, o el de tracción en una muestra ensayada a tracción. Para ello se utilizan figuras de polos inversas que, al contrario que las figuras de polos, son representaciones del sistema de coordenadas de la muestra en el sistema de coordenadas cristalográfico. Debido a las simetrías de la red cristalina, no es necesario mostrar una figura de polos completa, sino que es suficiente con un triángulo unitario. En la Fig. 2.19 se muestra el triángulo unitario en el caso de materiales con simetría cúbica, los ejes de referencia del triángulo unitario son las ejes cristalinos $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ y $\langle 111 \rangle$.

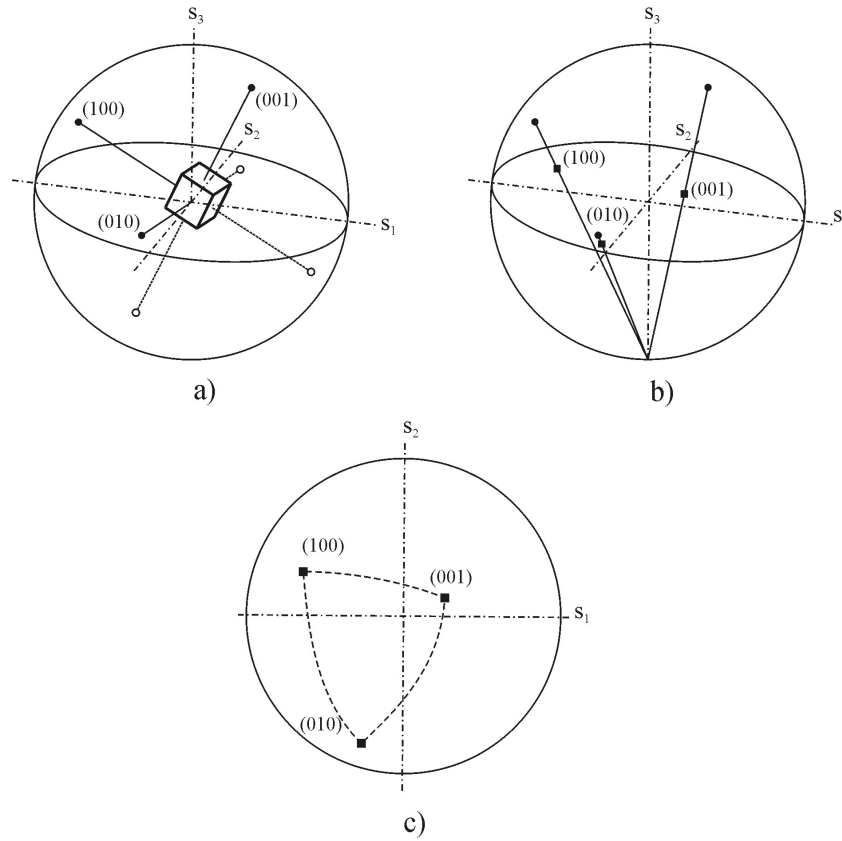


Fig. 2.18. Proyección estereográfica de los polos $\{100\}$ de una celda cúbica con sistema de coordenadas $S = \{s_1, s_2, s_3\}$. a) celda cúbica en la esfera de referencia unitaria; b) proyección de los polos $\{100\}$ en el plano ecuador; c) figura de polos $\{100\}$

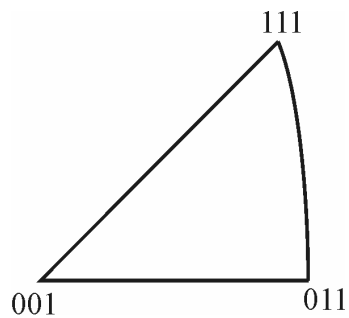


Fig. 2.19. Triángulo unitario en materiales con simetría cúbica para la representación de una figura inversa de polos

2.3.1.3 Ángulos de Euler y el espacio de Euler

Los ángulos de Euler se refieren a tres rotaciones consecutivas que transforman el eje de coordenadas de la muestra para hacerlo coincidir con el sistema de coordenadas cristalográfico. Los 3 ángulos de rotación definen correctamente una orientación determinada. Existen varios convenios para expresar ángulos de Euler, pero el más común en el campo de las texturas de materiales es la notación de Bunge [96]. Según esta notación, los ángulos de Euler son $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$, y las rotaciones del sistema de coordenadas de la muestra $S = \{s_1, s_2, s_3\}$ respecto al cristalográfico $C = \{c_1, c_2, c_3\}$, se definen en la Fig. 2.20 de la siguiente manera:

- 1.- φ_1 alrededor de s_3 hasta que s_1 se encuentre en el plano definido por las direcciones c_1 y c_2 .
- 2.- Φ alrededor del eje s_1 en su nueva posición hasta que s_3 coincida con c_3 .
- 3.- φ_2 alrededor de s_3 hasta que s_1 coincida con c_1 .

Tras esta secuencia de rotaciones ambos sistemas, el de la muestra y el cristalográfico coinciden, y la orientación individual queda definida por el triplete $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$.

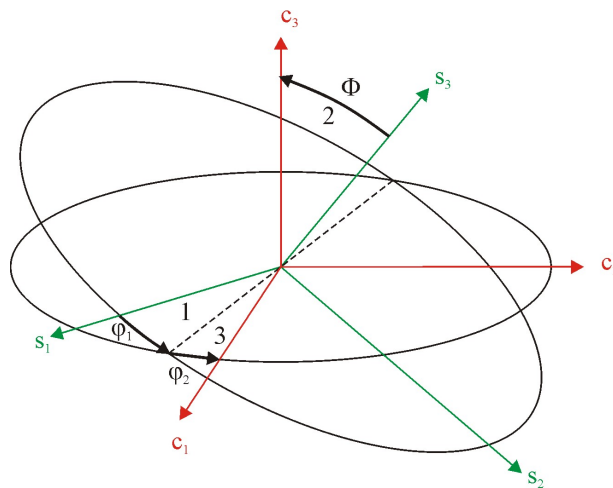


Fig. 2.20. Diagrama en el que se muestra la secuencia (en orden 1,2,3) de rotaciones $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ del sistema de coordenadas de la muestra $S = \{s_1, s_2, s_3\}$ hacia el sistema cristalográfico $C = \{c_1, c_2, c_3\}$

En una muestra policristalina, las diferentes orientaciones, definidas por tripletes de Euler, se pueden representar en un sistema de coordenadas cartesiano cuyos ejes corresponden uno a cada rotación de Euler ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$). El espacio resultante se denomina “Espacio de Euler”. En principio, los intervalos angulares de los tres ejes del espacio de Euler son $0 \leq \varphi_1, \Phi, \varphi_2 \leq 2\pi$. Sin embargo, las simetrías cristalina y de la muestra disminuyen los intervalos angulares al denominado “dominio fundamental” en el espacio de Euler. En la presente Tesis Doctoral se van a mostrar dos tipos de textura en un material CCC. En primer lugar se habla de textura de laminación, en cuyo caso, la simetría de la muestra es ortorrómbica. En segundo lugar, se habla de texturas de ECAP, en cuyo caso la simetría de la muestra es monoclinica. El dominio fundamental en el espacio de Euler de ambos tipos de textura se define en la Tabla 2.2

2.3.2 Textura de laminación

La textura de laminación es una de las texturas más estudiadas, ya que gran parte de los procesados termomecánicos industriales se llevan a cabo mediante laminación. En un material de estructura cristalina cúbica centrada en las caras (CCC) como el aluminio, las orientaciones cristalográficas de sus granos se muestran distribuidas a lo largo de las fibras α y β en el espacio de Euler al ser deformado en laminación. La fibra α se describe mediante $\{110\}\langle uvw \rangle$, que significa que la orientación cristalográfica de los granos es tal que los planos $\{110\}$ yacen paralelos al plano de laminación y las direcciones al azar. La fibra α comprende orientaciones desde la componente Goss $\{110\}\langle 100 \rangle$ (G), hasta la componente latón $\{011\}\langle 211 \rangle$ (B). Existen varias definiciones de la fibra β , y todas coinciden en que incluye las orientaciones comprendidas entre la

Tabla 2.2. Dominio fundamental del espacio de Euler correspondiente a simetrías de muestra ortorrómbica y monoclinica en el caso de materiales cúbicos. Los ángulos de Euler $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ se expresan en radianes.

Simetría de la muestra	φ_1	Φ	φ_2
Ortorrómbica	$0-\pi/2$	$0-\pi/2$	$0-\pi/2$
Monoclínica	$0-\pi$	$0-\pi/2$	$0-\pi/2$

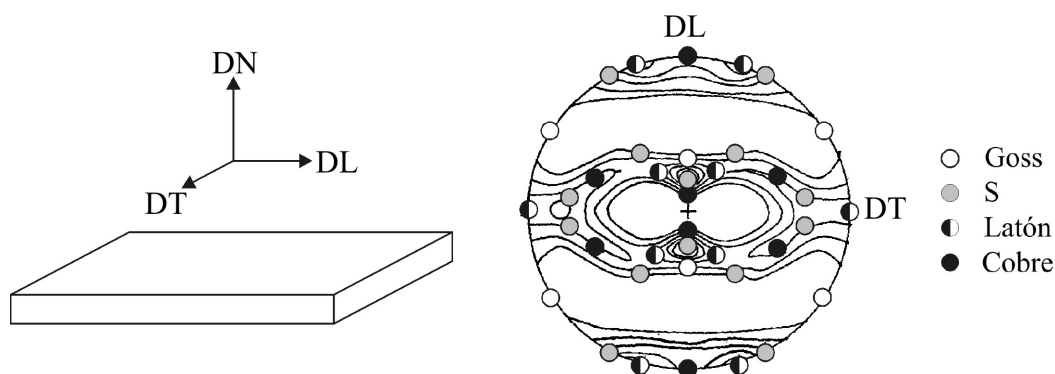


Fig. 2.21. Figura de polos (111) característica de un Al puro deformado por laminación en frío hasta una reducción del 95%. Se indican las componentes principales de la textura.

componente B y la componente cobre $\{112\}\langle 111 \rangle$ (C), pasando por la componente S $\{123\}\langle 634 \rangle$.

En laminación, la deformación acumulada influye en la textura. A deformaciones bajas e intermedias, la textura se distribuye a lo largo de las fibras α y β . A medida que la deformación aumenta, la textura se desplaza en el espacio de Euler primero a lo largo de la fibra α hacia la componente latón, y luego a lo largo de β hacia la componente cobre. A deformaciones en frío muy elevadas, la textura se concentra en torno a componentes individuales estables que normalmente son la C y la S. En la Fig. 2.21 se representa la textura típica en forma de figura de polos (111) medida en el plano de laminación de Al puro laminado. Los ejes de referencia DL, DT y DN que aparecen en la figura de polos se muestran junto con un esquema de la chapa laminada en la Fig. 2.21. Las abreviaturas de los ejes significan dirección de laminación (DL); dirección transversal (DT) a DL que está contenida en el plano de laminación; y dirección normal al plano de laminación (DN).

2.3.3 Textura de ECAP

Existen algunos trabajos que describen la formación de textura en procesado por ECAP en Al y otros materiales [13,23,91,97-101]. La textura desarrollada durante el procesado por ECAP es la correspondiente a una

deformación de cizalla simple. El método experimental más sencillo para producir deformaciones de cizalla simple es por torsión [102,103]. En la Fig. 2.22 se esquematiza la deformación por cizalla simple de un elemento cuadrado en el sentido positivo del eje X. De acuerdo con el sistema de ejes XY mostrado en la Fig. 2.22, el plano de cizalla es el plano perpendicular al eje Y, y la dirección de cizalla es la dirección +X. Para establecer diferencia con la cizalla simple producida en el ECAP, la cizalla mostrada en la Fig. 2.22 es denominada cizalla simple positiva.

Canova y col. [102], simularon la textura de un material CCC policristalino sometido a deformación de cizalla simple positiva, y obtuvieron que las orientaciones ideales están compuestas por las fibras A y B, y la componente C. La fibra A consiste en $\{111\}\langle uvw \rangle$, que significa que los planos cristalográficos $\{111\}$ yacen paralelos al plano de cizalla. La fibra B consiste en $\{hkl\}\langle 110 \rangle$, que significa que las direcciones $\langle 110 \rangle$ se alinean paralelas a la dirección de cizalla. Por último, la componente C, que es una orientación en la fibra B, es $\{001\}\langle 110 \rangle$. Montheillet y col. [103] deformaron por torsión muestras de Al puro, y analizaron la textura de deformación. La textura de cizalla simple es generalmente débil. La ausencia de orientaciones estables se puede explicar debido a que durante la cizalla simple los granos rotan continuamente hacia la dirección de cizalla a medida que se deforman. Aun así, existen unas orientaciones predominantes pertenecientes a las fibras A y B. Estas orientaciones y sus índices de Miller se proporcionan en la Tabla 2.3 [99]. Las orientaciones A_1 con A_2 , A/B_1 con A/B_2 y B_1 con B_2 son, en cada caso, variantes simétricas cristalográficamente equivalentes, que se denominaran de aquí en adelante “variantes gemelas”.

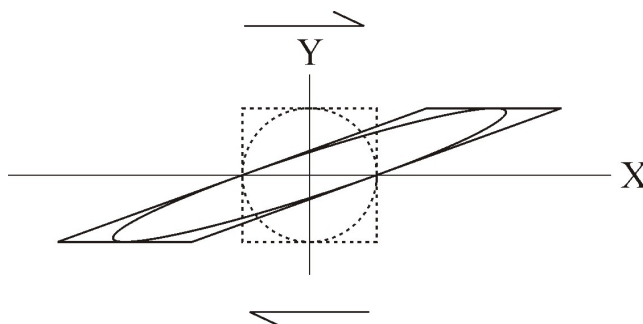


Fig. 2.22. Cizalla simple positiva.

Acompañando a los índices de Miller, en la Tabla 2.3, se ha asignado un color a las orientaciones A_1 (naranja), A_2 (amarillo), B_1 (rojo), B_2 (azul) y a la componente C (verde). Estas son las orientaciones prominentes que han aparecido en las muestras procesadas a lo largo del presente trabajo, y la codificación de colores asignada en la Tabla 2.3, se mantiene hasta el final de la Tesis Doctoral. En la Fig. 2.23a se muestran las posiciones ideales de las citadas orientaciones de cizalla en una figura de polos (111). En dicha figura cada orientación está coloreada de acuerdo con la codificación asignada en la Tabla 2.3, y las líneas continuas representan las fibras A (líneas azules) y B (líneas rojas) de cizalla. En la Fig. 2.23b, se muestra el resultado de la simulación de dicha textura para materiales CCC tras una deformación de cizalla $\gamma=2$ [99].

Las texturas desarrolladas en deformación por ECAP han sido extensamente estudiadas por otros autores [99,104]. Como se ve en la Fig. 2.11, la cizalla simple que tiene lugar durante una pasada de ECAP, está rotada con respecto a la cizalla simple positiva mostrada en la Fig. 2.22. En una matriz de ECAP de ángulo $2\phi=90^\circ$, la cizalla se produce rotada 45° con respecto al eje X. Además, la cizalla tiene lugar hacia el sentido negativo del eje X' , por lo que es

Tabla 2.3. Orientaciones prominentes de la textura por deformación de cizalla en metales CCC. Los índices de Miller indican plano $\{hkl\}$ paralelo al plano de cizalla y dirección $\langle uvw \rangle$ paralela a la dirección de cizalla [99].

Notación	Color	Índices de Miller $\{hkl\}\langle uvw \rangle$
A_1	naranja	$(111)[\bar{1}\bar{1}2]$
A_2	amarillo	$(111)[11\bar{2}]$
B_1	rojo	$(1\bar{1}2)[110]$
B_2	azul	$(\bar{1}1\bar{2})[110]$
A/B_1	blanco	$(1\bar{1}1)[110]$
A/B_2	negro	$(\bar{1}1\bar{1})[110]$
C	verde	$\{001\} \langle 110 \rangle$

una cizalla simple negativa. Como consecuencia, la representación de las fibras A y B y de las orientaciones preferentes es diferente a la mostrada en el caso de cizalla simple positiva. Teniendo en cuenta estas dos consideraciones (rotación de 45° y sentido negativo de la cizalla), la figura de polos (111) ideal de la textura de ECAP se ha representado en la Fig. 2.24. Finalmente, en la Tabla 2.4 se proporcionan los tripletes de Euler ($\varphi_1, \phi, \varphi_2$) de las orientaciones dadas en la Tabla 2.3 en el caso de deformación por ECAP. Los ángulos de Euler se obtuvieron mediante las rotaciones del sistema de ejes XYZ de la muestra hacia los ejes cristalográficos en cada orientación preferente dada en la Tabla 2.3.

Tabla 2.4. Ángulos de Euler ($\varphi_1, \phi, \varphi_2$) ($^\circ$) de las orientaciones prominentes de la textura por deformación por ECAP $2\phi=90^\circ$ en metales CCC. Se dan los valores dentro del dominio fundamental en el espacio de Euler en el caso de simetría cúbica de la red cristalina y simetría monoclinica de muestra, es decir, $0 < \varphi_1 < 180^\circ$; $0 < \phi < 90^\circ$ y $0 < \varphi_2 < 90^\circ$ (ver Tabla 2.2).

Notación	φ_1	ϕ	φ_2
A_1	80	45	0, 90
	170	0, 90	45
A_2	10	45	0, 90
	100	0, 90	45
B_1	45, 165	55	45
B_2	105	55	45
A/B_1	96	66	64
A/B_2	45	35	45
C	135	45	0, 90
	45	0, 90	45

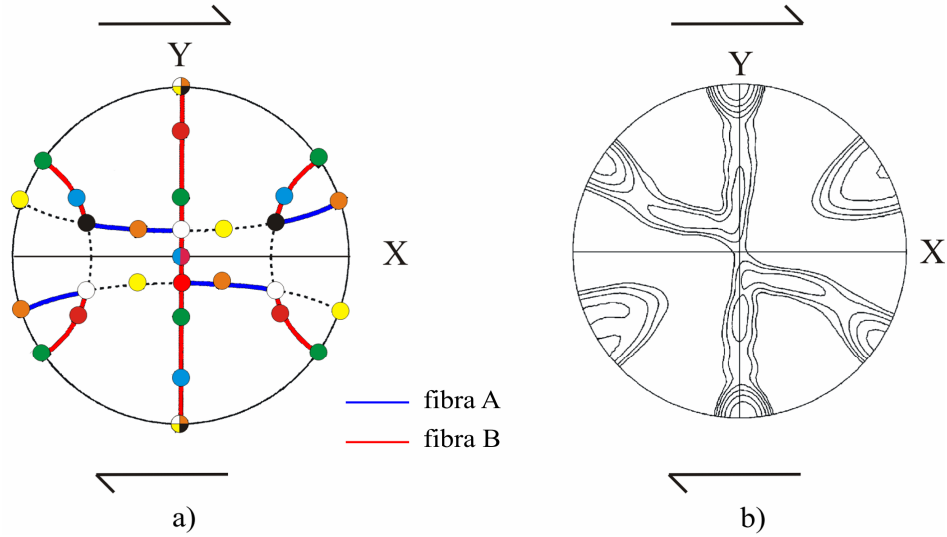


Fig. 2.23. Figura de polos (111) obtenida en el plano Z correspondiente a textura de deformación de cizalla acorde a las flechas. a) Posiciones ideales de las orientaciones prominentes dadas en la Tabla 2.3. b) simulación de la textura tras una deformación $\gamma=2$ [99].

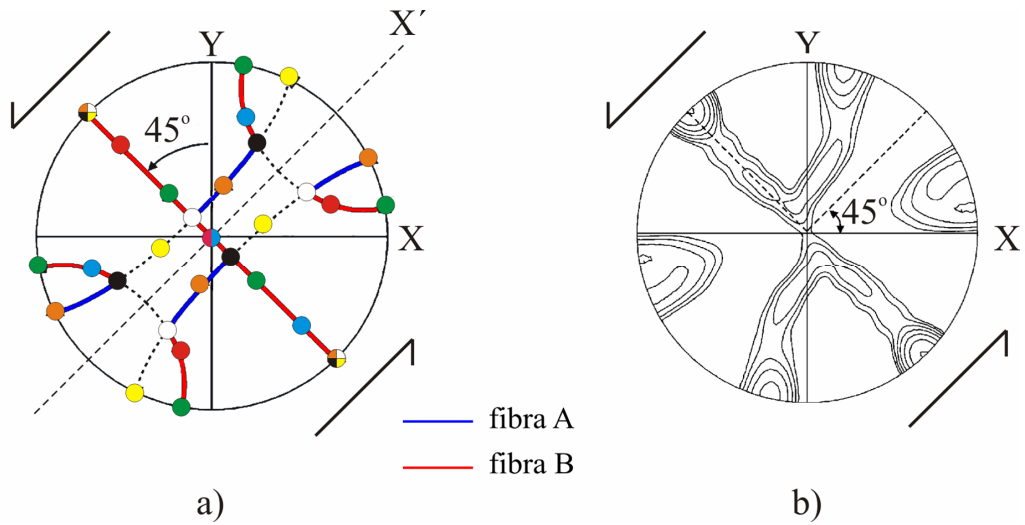


Fig. 2.24. Figura de polos (111) obtenida en el plano Z correspondiente a textura de deformación por ECAP en una matriz de ángulo $2\phi=90^\circ$. a) posiciones ideales de las orientaciones prominentes dadas en la Tabla 2.3. b) simulación de la textura tras una deformación $\gamma=2$ [99].

Capítulo 2

Materiales y técnicas experimentales

3 Materiales y técnicas experimentales

3.1 Materiales

3.1.1 Al 7075

La aleación comercial Al 7075 se adquirió en forma de planchas laminadas de 12 mm de espesor. Las chapas recibidas estaban en estado T6, de máxima dureza. La composición química de la aleación se indica en la Tabla 3.1.

3.1.2 Al-7%Si

Se preparó mediante colada una aleación hipoeutéctica del sistema Al-Si con una concentración en masa de Si del 7%. Los materiales de partida para la colada fueron lingotes de Al puro al 99,95% y lingotes de aleación madre de Al-12,3% Si. Dichas aleaciones en la proporción correcta se introdujeron en un horno a una temperatura de 750°C que se mantuvo hasta verificar la fusión de los materiales de partida. Justo antes de la colada, se añadió al caldo un contenido de 0,02% en masa de Na como agente modificador de la microestructura. La solidificación de la aleación se esquematiza en un diagrama de fases en la Fig. 3.1.

Tabla 3.1. Composición química en % en masa de la aleación Al 7075 utilizada en este trabajo.

Si	Mg	Fe	Zn	Cu	Ti	Cr	Mn	Al
0,052	2,51	0,19	5,68	1,59	0,025	0,19	0,007	resto

Tabla 3.2. Composición química en % en masa de la aleación Al-7%Si utilizada en este trabajo.

Si	Fe	Al
7,0	0,3	resto

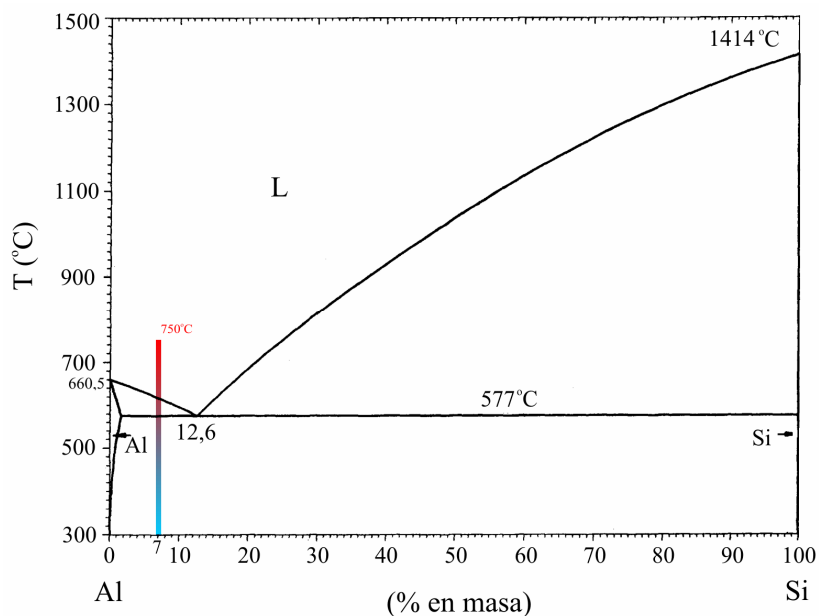


Fig. 3.1. Diagrama de fases del sistema binario Al-Si [105]

Se colaron dos lingotes en un molde de acero previamente calentado para eliminar la humedad, de dimensiones $40 \times 25 \times 4 \text{ cm}^3$. Instantes después de la colada los lingotes fueron extraídos del molde y se dejaron enfriar al aire. La composición química, medida en una sección centrada de cada lingote, se muestra en la Tabla 3.2.

3.2 Equipos de procesamiento por ECAP

3.2.1 Diseño y desarrollo de sistema ECAP

Durante la primera etapa de la investigación se realizó un gran esfuerzo en el diseño y puesta a punto del equipo de procesamiento por ECAP. Se comenzó por la construcción de una primera versión que no llegó a ser operativa ya que presentó una serie de problemas importantes de diseño.

El primer diseño, mostrado en la Fig. 3.2, consistió en una matriz de acero con un canal de ángulo de intersección $2\phi = 90^\circ$ y $12 \times 12 \text{ mm}^2$ de sección. La matriz está compuesta de dos piezas de modo que cada pieza contiene una mitad

del canal y se cierra por medio de tornillos de alta resistencia ajustados hasta su par máximo recomendado. La carga se aplicaba a la muestra sobre una varilla cilíndrica de diámetro $\varnothing=11$ mm con cabeza de sección cuadrada de dimensiones $11,95 \times 11,95$ mm² mediante una máquina de tracción universal *Servosis* con capacidad máxima de carga de 10.000 kp.

La primera prueba se realizó con probetas de aluminio de pureza comercial (99,5% Al). No se pudo completar una pasada debido a una serie de problemas. El principal fue que el número de tornillos resultó ser insuficiente y, al nivel de carga alcanzado (6.000 kp), estos se deformaron plásticamente. Como consecuencia, las dos mitades que componen la matriz se separaron ligeramente y el Al de la probeta fluyó a través del espacio creado entre ellas (Fig. 3.3). Este problema hacía imposible el procesamiento de cualquier aleación de base Al a T_a , ya que los tornillos se deformaban por debajo de la carga necesaria para extruir aluminio puro. Por lo tanto, fue necesaria la construcción de una nueva matriz que eliminara estos problemas.

La segunda versión del sistema ECAP se ilustra en la Fig. 3.4. Consiste en una matriz de dos piezas en cuyo interior queda un espacio. En este espacio se

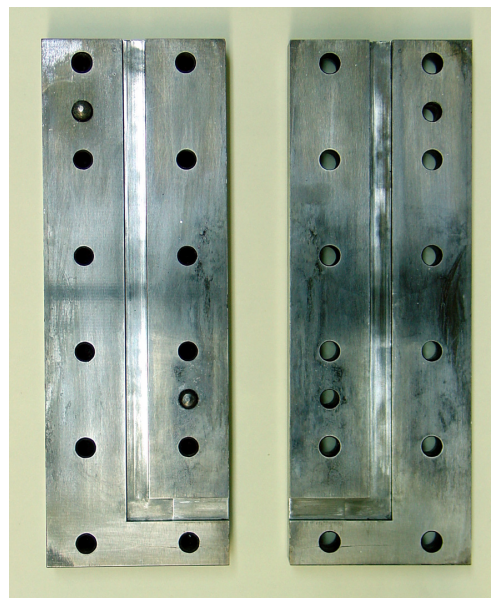


Fig. 3.2. Primera matriz de ECAP.

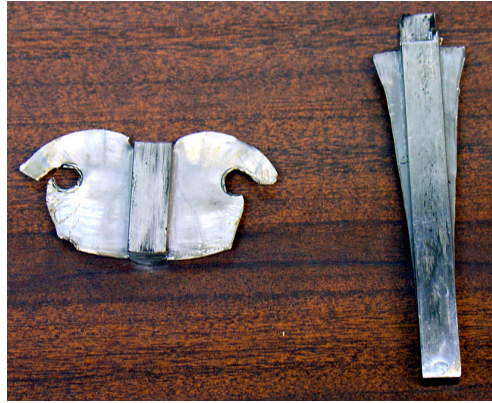


Fig. 3.3. Muestras de Al fallidas. Se aprecia el flujo de Al a través de la junta de las dos piezas que forman la primera matriz de ECAP.

alberga una “camisa” que compone el canal angular con $2\phi = 90^\circ$. Consta de dos piezas desiguales, una es el propio canal angular en las correspondientes dimensiones abierto en un lateral. La otra pieza contiene una tapa en la misma forma de “L” que la pieza anterior, que cierra el canal. También se modificó la varilla que comunica la carga a la probeta, que, en vez de ser cilíndrica, se mecanizó con sección cuadrada de dimensiones ligeramente inferiores a las del canal de entrada.

El uso de este segundo sistema consistente en matriz-camisa tiene una serie de ventajas sobre el diseño anterior:

- Una misma matriz puede albergar camisas con diferentes configuraciones: canales de sección cuadrada o circular con diferentes dimensiones.
- Si el acabado superficial del canal se daña con el tiempo debido a las intensas fricciones, la camisa se puede reemplazar por una nueva sin necesidad de mecanizar una matriz completa.
- En el nuevo diseño, las dos piezas de la matriz se cierran ajustando 28 tornillos de alta resistencia en vez de 10. La presión creada por los tornillos se distribuye sobre la junta de la camisa, cuyo área es mucho menor que el área de contacto entre las dos piezas de la matriz. De este modo se dificulta

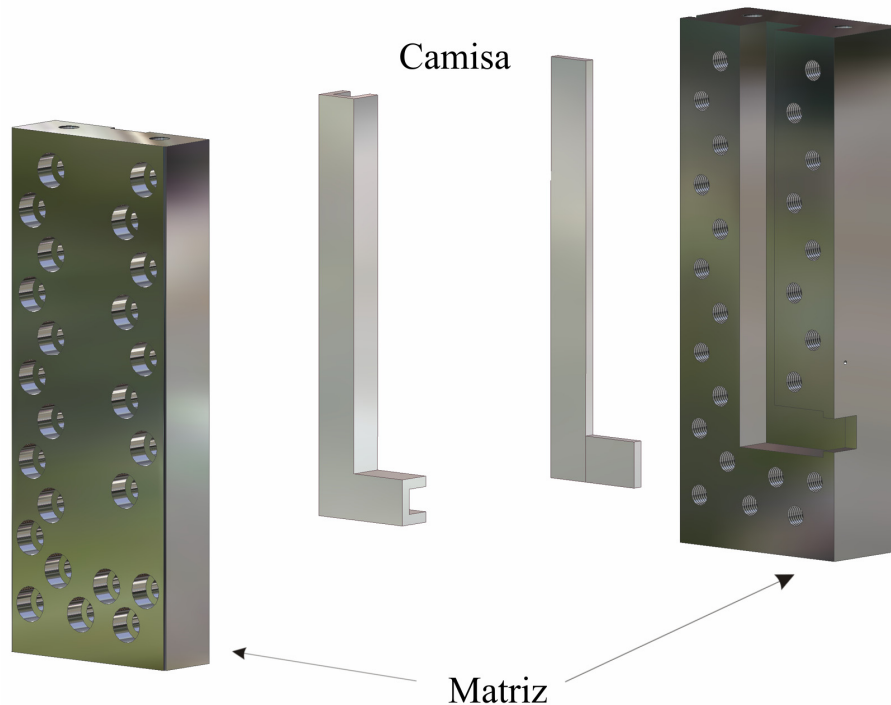


Fig. 3.4. Segundo diseño de ECAP, compuesto por camisa y matriz.

el flujo de material proveniente de la probeta a través de las juntas de las diferentes piezas.

- La junta entre las dos partes de la camisa queda en un lateral del canal, en lugar de estar en el centro de éste. Esto dificulta el flujo de material de la probeta al ser sometida a altas presiones.
- El uso de una varilla de sección cuadrada da mayor margen de confianza de la carga que se puede aplicar sobre la misma. Del mismo modo tiene mayor resistencia al pandeo, aumentando la longitud de probeta teórica permitida.

El sistema ECAP empleado en toda la investigación fue la matriz de ángulo $2\phi = 90^\circ$ y un ángulo de alivio $2\psi = 0^\circ$. En la bibliografía se pueden encontrar diseños con ángulos de intersección entre 60° y 150° [90,92], siendo los más empleados de 90° y 120° con diferentes ángulos de alivio. En la práctica, el abanico de materiales que se pueden procesar usando matrices con ángulos $2\phi < 90^\circ$ se reduce a Al puro, ya que es necesaria una carga muy alta durante las

extrusiones. El criterio seguido para elegir $2\phi=90^\circ$ y $2\psi = 0^\circ$ fue procesar con la mayor severidad posible las aleaciones propuestas en el ap. 3.1.

El canal seleccionado para procesar todas las muestras es de sección cuadrada de dimensiones $10 \times 10 \text{ mm}^2$. Se puede encontrar en la literatura diseños con canales de sección cuadrada, circular e incluso rectangular [106]. Sin embargo, un canal angular de sección cuadrada tiene, a nuestro juicio, ciertas ventajas:

- Mayor control de las rotaciones de 90° y 180° que se realizan en las diferentes rutas que en un canal circular. En canales rectangulares, únicamente las rutas A y C son posibles.
- Al tratarse de deformación plana, sin tener en cuenta los efectos de la fricción en las paredes laterales del canal, la deformación introducida en la muestra es independiente de la posición en el eje Z. Por lo tanto en una probeta de sección cuadrada hay mayor cantidad de material y se pueden

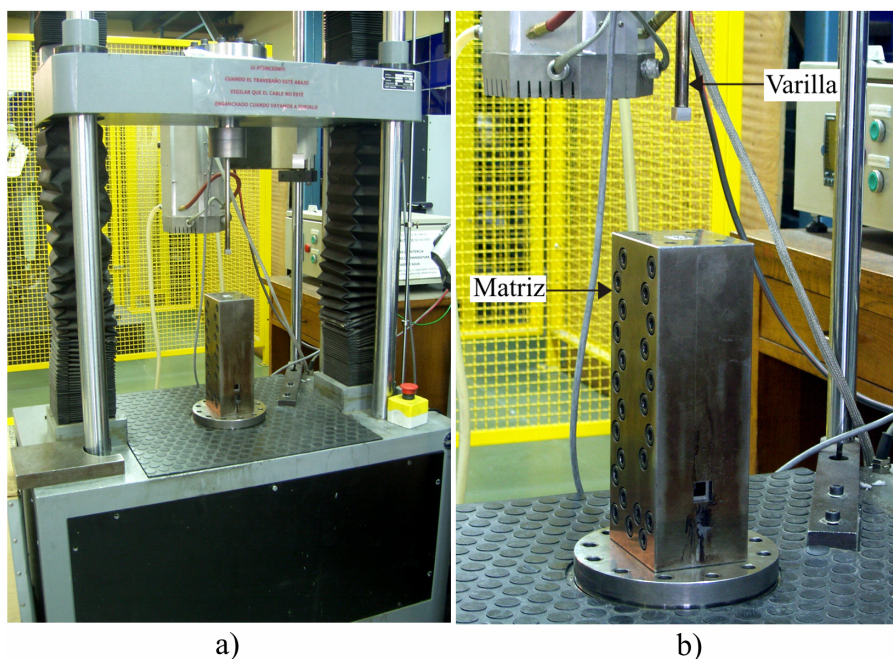


Fig. 3.5. Segundo sistema ECAP a) acoplado a una máquina de tracción universal; b) detalle de la matriz y varilla.

extraer mayor número de probetas de tracción planas paralelas al plano Z.

Al igual que en la primera matriz, la carga se aplicó sobre la varilla mediante una máquina de tracción universal *Servosis* de 10.000 kp de carga máxima. En la Fig. 3.5a se muestra el sistema ECAP acoplado a la máquina de tracción. La Fig. 3.5b es un detalle de la matriz y la varilla utilizadas. La velocidad de procesamiento de todas las pasadas realizadas fue 10 mm/min, siendo la longitud de las probetas extruidas de 80 mm.

El procedimiento seguido para realizar pasadas se ilustra en la Fig. 3.6. Básicamente, consiste en presionar y extraer una muestra con la muestra procesada inmediatamente después. La extrusión de la primera muestra, p1, en una sesión de procesamiento se realiza con el canal angular vacío (Fig. 3.6a y b). Una vez realizada la pasada, se extrae la varilla, se introduce la segunda muestra, p2 (Fig. 3.6c), y se realiza la segunda pasada (Fig. 3.6d). La extrusión de la segunda

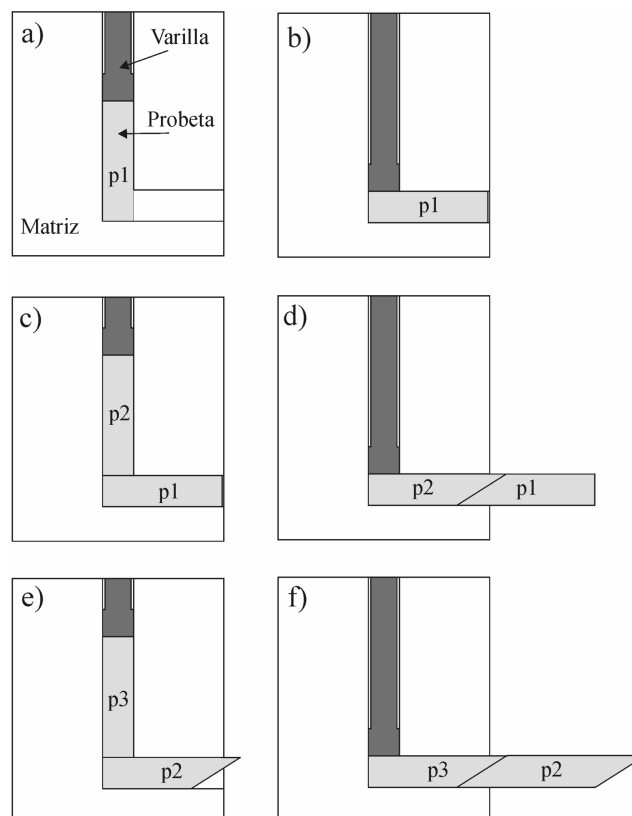


Fig. 3.6. Esquema del procedimiento seguido para realizar pasadas.

muestra sirve para extraer la muestra p1. A continuación se vuelve a extraer la varilla, se introduce la siguiente muestra, p3 (Fig. 3.6e), y esta se extruye. La muestra p2 es extraída del canal con forma de romboedro. El procedimiento continúa así indefinidamente hasta el fin de la sesión de procesado. Las primeras muestras de cada sesión (p1 en la Fig. 3.6), no se emplearon en la caracterización ya que se extruyeron con el canal de salida vacío. La ausencia de rozamiento en el canal de salida implica un estado de tensión en la muestra p1 diferente a las muestras posteriores (p2 en adelante), con posibles implicaciones microestructurales.

Este sistema ECAP fue el empleado para procesar a temperatura ambiente la aleación de Al-7%Si.

3.2.2 Sistema ECAP francés

Las probetas de la aleación Al 7075 se procesaron en una matriz ligeramente diferente. Una de las actividades realizadas durante las estancias en la *Ecole Nationale Supérieure de Physique de Grenoble (ENSPG)* fue el procesado por ECAP de dicha aleación. El diseño del ECAP utilizado es muy similar al desarrollado en el CENIM, de hecho, las características de la matriz son idénticas, ya que se trata de un canal de sección cuadrada de dimensiones $10 \times 10 \text{ mm}^2$ con ángulos característicos $2\phi = 90^\circ$ y $2\psi = 0^\circ$. La única diferencia sustancial en el diseño, que no influye en la deformación introducida, consiste en la posibilidad de extraer las muestras del interior de la matriz una vez ha terminado la pasada sin necesidad de ser presionada por la siguiente probeta. El procedimiento se ilustra en la Fig. 3.7a-c. Otra varilla, localizada en la parte posterior del canal horizontal y accionada por una prensa manual, presiona la muestra procesada hasta que se extrae completamente de la matriz.

Esta matriz estaba acoplada a una máquina de tracción universal *MTS* con capacidad máxima de 10.000 kp. Las pasadas se realizaron a una velocidad de desplazamiento de travesaño constante a 5 mm/min, siendo la longitud inicial de las muestras de 70 mm. En la Fig. 3.8 se muestran fotografías del sistema ECAP francés. En la Fig. 3.8a se muestra el sistema extractor de las muestras. El procesado de la aleación Al 7075 se realizó a tres temperaturas diferentes. Para elevar la temperatura en la matriz, se insertan dos resistencias calentadoras en el bloque a la altura de la intersección de los canales, lugar donde se produce la deformación severa (Fig. 3.8b). El control de la temperatura se llevó a cabo

mediante la inserción de termopares localizados en lugares cercanos a la esquina del canal angular.

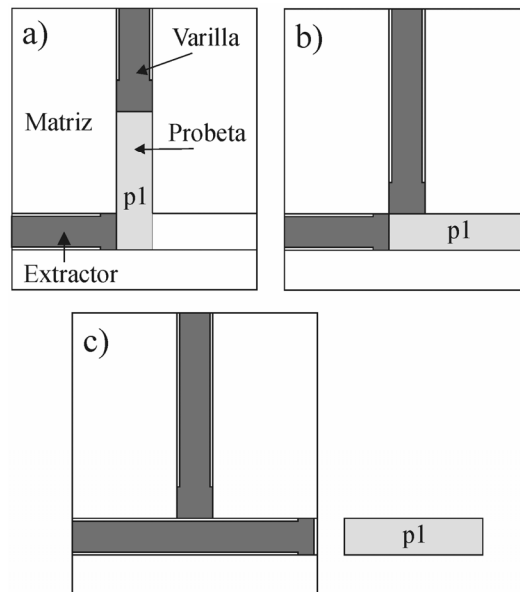


Fig. 3.7. Procedimiento para realizar pasadas en la matriz de ECAP de Grenoble.

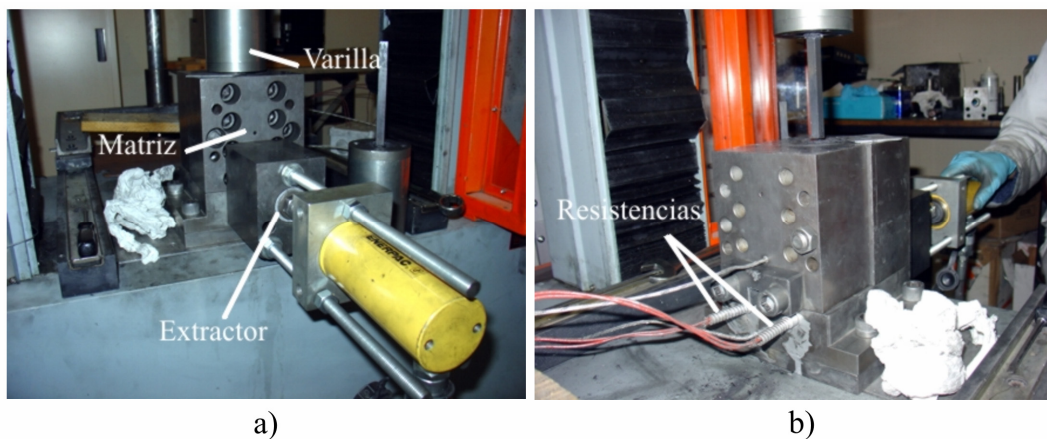


Fig. 3.8. Sistema ECAP francés: a) Parte posterior con extractor; b) parte delantera con resistencias calefactoras.

3.3 Caracterización microestructural

3.3.1 Elección de muestras

Las probetas de ECAP procesadas tenían forma de paralelepípedo de sección cuadrada $10 \times 10 \text{ mm}^2$. La observación de todas las muestras procesadas se ha llevado a cabo sobre superficies localizadas en la región central de los paralelepípedos con el fin de evitar efectos de fricción y curvatura en la microestructura. Para ello cada probeta procesada destinada a la caracterización microestructural se seccionó en una cortadora *Struers Accutom 5* equipada con disco de diamante refrigerado, siguiendo el esquema mostrado en la Fig. 3.9. Las piezas en color gris no se utilizaron para la caracterización de la microestructura por no ser representativos. Por un lado se desecharon los picos delantero y trasero de las muestras de ECAP, que han recibido una deformación heterogénea. Por otro, se excluyeron las regiones laterales de las muestras de ECAP por estar afectadas por la fricción con el canal. Los discos delgados para MET se extrajeron de la región central de láminas paralelas al plano Z como se muestra en la Fig. 3.9. De este modo, los discos para MET se extrajeron de zonas de las probetas de ECAP no afectadas por la fricción con las paredes del ECAP.

En algunas ocasiones fue necesario embutir las muestras antes de la preparación metalográfica. Para evitar el calentamiento excesivo de las muestras procesadas que ocurre durante embuticiones en baquelita, se embutieron mediante una resina epoxy de solidificación fría.

3.3.2 Microscopía óptica (MO)

La microscopía óptica se utilizó principalmente para la caracterización de la distribución del constituyente eutéctico durante el procesado de la aleación Al-7%Si. El microscopio utilizado es un *Olympus BH-2* equipado con una cámara digital.

La preparación metalográfica para MO se realizó mediante métodos de desbaste y pulido convencionales. Para el desbaste se utilizaron papeles abrasivos con granulometrías decrecientes, siendo el último papel de granulometría 1600. Para el pulido mecánico se utilizó pasta de diamante de 6, 3 y 1 μm . El pulido final dependía de la aleación. En general, en la aleación Al-7%Si se realizó un

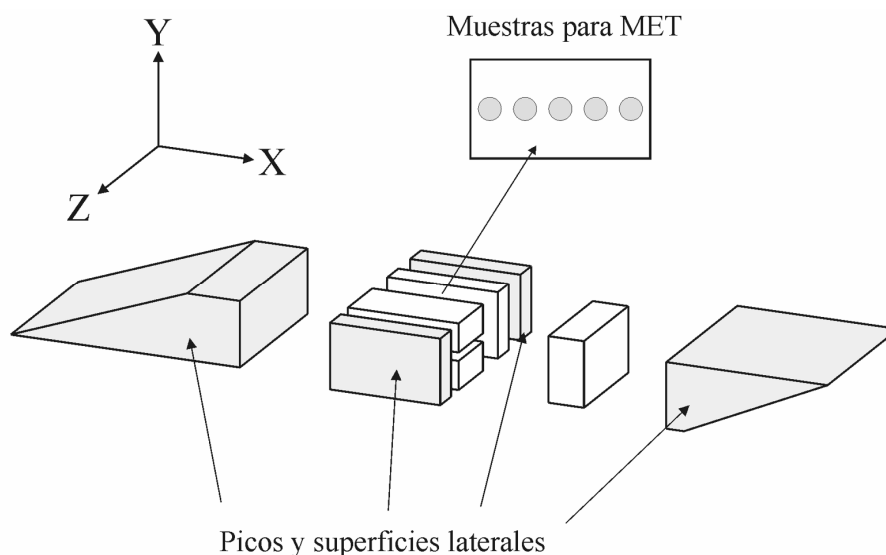


Fig. 3.9. Sección de las muestras procesadas para microscopía

acabado final con una suspensión de partículas de sílice coloidal de $0,05\ \mu\text{m}$. Para revelar las fronteras de grano en la aleación Al 7075 de partida fue necesario un ataque químico sumergiendo las muestras unos segundos en una disolución de HNO_3 , HCL y HF en agua.

Se han realizado medidas de longitudes y de ángulos sobre las micrografías realizadas mediante MO haciendo uso de un software de análisis de imagen. Las medidas se han llevado a cabo sobre micrografías de los tres planos X, Y y Z correspondientes a muestras de material de colada y procesadas por ruta A. En el material de colada, el diámetro de las celdas de dendrita* de Al primario es el promedio de 100 medidas tomadas en 2 micrografías diferentes de diámetros trazados en direcciones aleatorias. En las muestras sometidas a 1, 2, 4 y 8 pasadas mediante ruta A se realizaron 300 medidas de las dimensiones de las celdas de dendrita deformadas en los planos Y y X. En el plano Y, el diámetro de celda de dendrita de Al primario, l_Y , se promedió a partir de medidas trazadas en direcciones aleatorias y tomadas en 4 micrografías. En el plano X, la dimensión promediada fue el espesor de las celdas de dendrita en la dirección Y, l_X . En el plano Z, se realizaron medidas del ángulo, θ , que forman las líneas de máximo

* La definición de “celda de dendrita” se proporciona más adelante en el ap. 5.2.1.1

alargamiento de las celdas de dendrita deformadas con el eje X. El valor de θ es el promedio de 30 medidas.

3.3.3 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Se utilizó un microscopio electrónico de barrido con filamento de emisión de campo tipo Schottkey *JEOL JSM 6500 F*. La resolución teórica del microscopio es de 1,5 nm a 15 kV. Este microscopio se utilizó para caracterizar la evolución microestructural del Al primario durante la deformación severa en la aleación Al-7%Si. La preparación metalográfica para MEB comienza con los mismos métodos de desbaste y pulido convencionales hasta 1 μm empleados para MO. El pulido final, realizado para detectar una buena señal de electrones retrodispersados, se realizó mediante electropulido. Se llevó a cabo en una electropulidora *Buhler Electromet* con un electrolito consistente en una solución de 20% HNO_3 y 80% CH_3OH . Las condiciones de pulido dependieron de la aleación y estado de deformación en el intervalo $T = -10$ a -30°C y $V = 15$ a 20 V.

Las medidas de tamaño de grano de las muestras procesadas de Al-7%Si se obtuvieron a partir de imágenes obtenidas por MEB con señal de electrones retrodispersados. Los electrones retrodispersados se difractan diferentemente en cada (sub)grano y proporcionan imágenes de la microestructura por contraste cristalográfico. El tamaño de grano representativo se obtuvo mediante análisis de imagen. Se calculó el diámetro equivalente de 400-600 subgranos en cada condición de procesado. Como corresponde a todo proceso de subdivisión, los valores de diámetro equivalente de los (sub)granos formados durante el afino, forman una distribución lognormal [107], con lo que se utilizó la media geométrica como valor representativo de cada distribución. Finalmente, este valor se multiplicó por un factor 1,776 para estimar el tamaño de grano verdadero, L [108]. Se tomó en cada caso la desviación estándar geométrica del conjunto de medidas como estimación del error.

Las medidas de los fragmentos de las partículas de Si eutéctico en las aleación de Al-7%Si se realizaron a partir de imágenes obtenidas por MEB con señal de electrones secundarios. Se midió la longitud mayor, a_x , y la longitud menor, a_y , de alrededor de 300 fragmentos en cada condición de procesado. Al igual que el afino de grano, la fragmentación de las partículas de Si eutéctico durante el procesado implica que las medidas a_x y a_y se distribuyan de forma

lognormal, y se escogió nuevamente la media y desviación estándar geométricas como valores representativos.

3.3.4 Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

La técnica EBSD se basa en la detección y análisis automatizado de patrones de difracción formados por líneas de Kikuchi. Dichas líneas contienen información relativa a la naturaleza del cristal. En un sistema EBSD, las líneas de Kikuchi se forman a partir de la difracción de electrones del haz incidente que han sufrido previamente una dispersión inelástica al interaccionar con la muestra. Dichos electrones se difractan en la red cristalina formando dos conos de difracción. Estos conos se visualizan, en forma de líneas paralelas, al intersecarse con una pantalla de fósforo situada a una distancia, r , de la muestra. Los conos tienen una pequeña apertura angular ($2-5^\circ$) que en la pantalla de fósforo se traduce en una distancia entre las líneas de Kikuchi de magnitud $r \cdot \lambda / d_{hkl}$, donde λ es la longitud de onda de los electrones y d_{hkl} es la distancia entre los planos atómicos que producen la difracción. Cada familia de planos produce un par de líneas de Kikuchi. El conjunto de pares de líneas formado por la difracción en diferentes planos se denomina diagrama de difracción de electrones retrodispersados, y contiene la información relativa a la estructura y orientación de la red cristalina.

El dispositivo experimental consta de un microscopio electrónico de barrido, una cámara CCD y un ordenador provisto de un software de identificación y análisis de los patrones de difracción. El haz de electrones incidente forma un ángulo de $\sim 70^\circ$ con la superficie de la muestra analizada y se va desplazando sobre ésta automáticamente. Los electrones difractados en una región determinada de la superficie forman un patrón de difracción en la pantalla de fósforo de acuerdo a lo indicado en el párrafo anterior. Una vez digitalizada y capturada la imagen del patrón, el software detecta las líneas de mayor intensidad y las asocia a planos cristalográficos, determinando así la orientación de la región observada. En [109] se puede encontrar una descripción más detallada de la base teórica y de la configuración experimental de los sistemas EBSD.

El sistema utilizado para el análisis de la microtextura de las muestras fue el de la *Naval Postgraduate School*, de Monterey, CA (EEUU). Consiste en un microscopio *TOPCON S-510* de filamento de Wolframio operando a 20kV, equipado con sistema *EBSD TSL-OIM versión 4.6 de EDAX*. El pulido final de las muestras consistió en un electropulido, en las mismas condiciones que para MEB.

Se realizaron mapas de diferentes escalas y longitudes de paso dependiendo del propósito de cada mapa. Los datos experimentales se sometieron a un proceso iterativo de limpieza para reasignar puntos no identificados a los granos localizados a su alrededor.

3.3.5 Microscopía electrónica de transmisión (MET)

Mediante MET se obtuvieron imágenes de la estructura de (sub)granos y precipitados de muestras procesadas por deformación severa de ambas aleaciones. Se utilizó un microscopio *JEOL JEM 2000 FX II* a 200kV con pletina goniométrica $\pm 45^\circ$ para inclinación en dos ejes. También se hizo difracción de electrones de área seleccionada, o “*Selected area electron diffraction*” (SAED) con una apertura circular de diámetro 1,4 μm , que supone un área difractada de $\sim 2 \mu\text{m}^2$. La preparación de las láminas delgadas comenzó por un adelgazamiento mecánico de discos de 3 mm de diámetro hasta un espesor de $\sim 100 \mu\text{m}$. El pulido final se realizó por pulido electroquímico en una pulidora *Struers Tenupol 5* a 15-20 V y -30 a -15 $^\circ\text{C}$. El reactivo utilizado como electrolito fue de la misma composición que el utilizado en la preparación de muestras para MEB.

3.3.5.1 Técnica ACOM-MET

Durante la estancia en la *ENSPG* de Grenoble se tomó contacto con una técnica de microtextura actualmente en desarrollo, basada en la identificación automática de patrones de difracción de Bragg [110-113]. Generalmente, los diagramas de Kikuchi son preferibles en los sistemas de identificación automática de orientaciones cristalográficas ya que dan una resolución mayor que los diagramas de Bragg. Los sistemas EBSD, bastante extendidos en la actualidad, consisten precisamente en la identificación automatizada de diagramas de Kikuchi. Sin embargo, en materiales sometidos a grandes deformaciones mediante procesados por deformación severa, las tensiones internas, así como las altas densidades de dislocaciones hacen que los diagramas de Kikuchi sean más débiles. En estos casos los diagramas de Bragg, al ser menos sensibles a la deformación, son preferibles.

El sistema de identificación automática de orientaciones cristalográficas responde de aquí en adelante a las siglas ACOM (*Automated crystallographic orientation mapping*). El montaje experimental se esquematiza en la Fig. 3.10. Un

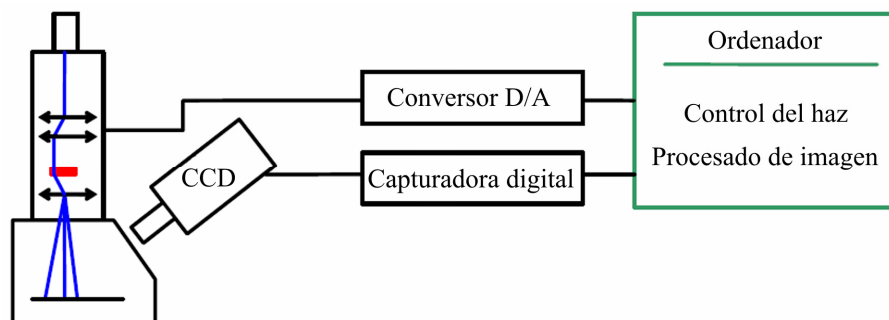


Fig. 3.10. Esquema del sistema ACOM-TEM [111]

ordenador se encarga automáticamente del movimiento del haz de electrones y del almacenamiento de las imágenes de los diagramas de difracción. Al igual que en equipos EBSD, el haz de electrones realiza un barrido en el área seleccionada de la muestra con un paso definido que depende de la microestructura a analizar. En cada punto, la imagen CCD recoge el diagrama de difracción correspondiente que se digitaliza y almacena en el ordenador.

Una vez concluida la etapa de adquisición, tiene lugar el proceso de identificación de las orientaciones cristalográficas correspondientes a cada punto del área barrida. El procedimiento de identificación se hace mediante un software de fabricación propia (Prof. E.F. Rauch, *ESNPG*) y se esquematiza en la Fig. 3.11. Las imágenes adquiridas (Fig. 3.11a) se invierten y se optimiza su calidad (Fig. 3.11b). La identificación se hace mediante comparación de las imágenes optimizadas con una base de datos formada por plantillas de patrones de difracción de Bragg previamente generadas [112]. La comparación de una imagen adquirida y una plantilla (i) se basa en la posición e intensidad de los picos de difracción, de modo que el grado de identificación viene dado por el índice de correlación Q (ecn. (3.1)).

$$Q(i) = \frac{\sum_{j=1}^m P(x_j, y_j) T_i(x_j, y_j)}{\sqrt{\sum_{j=1}^m P^2(x_j, y_j)} \sqrt{\sum_{j=1}^m T_i^2(x_j, y_j)}} \quad (3.1)$$

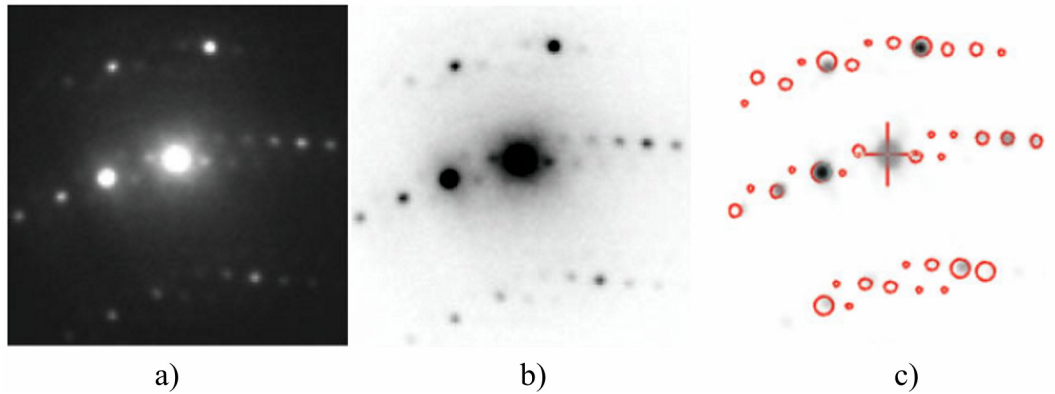


Fig. 3.11. Proceso de adquisición, filtrado e identificación de los diagramas de difracción [111].

donde (x_j, y_j) es la posición de un pico de difracción (j), P es la intensidad del pico en el diagrama adquirido, y T_i es la intensidad del mismo pico en la plantilla (i). Después de la comparación, la plantilla (i) que mayor índice $Q(i)$ muestre, es elegida como representativa de la orientación cristalográfica. En la Fig. 3.11c se muestran superpuestos un diagrama adquirido y la plantilla correspondiente después de la correlación. El producto final es un mapa de orientaciones del área barrida similar a los obtenidos mediante la técnica EBSD.

Esta técnica se utilizó en la caracterización de la microtextura de muestras de Al 7075 procesadas, después de intentar fallidamente su caracterización mediante EBSD. El trabajo se realizó en un microscopio *JEOL 3010* a 300 kV equipado con filamento de LaB_6 . El diámetro de haz típico es de 20-50 nm. Se adquieren imágenes de tamaños típicamente de 150x150 pixels a una velocidad de 10-25 imágenes por segundo. Para realizar un barrido completo fueron necesarios tiempos de ~ 2 h. La técnica ACOM se ha empleado en otras ocasiones con éxito en la caracterización de microestructuras deformadas, y es capaz de resolver estructuras de (sub)grano con tamaños de hasta 100 nm y desorientaciones $\geq 1^\circ$.

3.4 Caracterización mecánica

3.4.1 Dureza Vickers

La dureza mide la resistencia a la deformación plástica a temperatura ambiente de los materiales ensayados de forma rápida y sencilla, y ha sido medida en diversas muestras estudiadas en la presente investigación. Los ensayos de dureza Vickers (HV) se realizaron en un microindentador convencional *Matsuzawa Seiki MHT-1* con punta piramidal aplicando cargas comprendidas entre 10 y 1000 g durante un tiempo de 15 s. La preparación de muestras consistió en desbaste y pulido convencionales y un pulido final con una suspensión de sílice coloidal. En las muestras de ECAP, las medidas de HV se realizaron en el plano Z.

3.4.2 Ensayos de tracción uniaxial

Se han realizado ensayos de tracción uniaxial para evaluar las propiedades mecánicas de todas las aleaciones a temperatura ambiente y, en el caso de la aleación Al 7075, a alta temperatura. Todos los ensayos se han llevado a cabo en una máquina hidráulica universal de ensayos mecánicos *Instron 1362*. En los ensayos a altas temperaturas, las probetas se calentaron mediante un horno de radiación elíptico capaz de alcanzar y estabilizar temperaturas en menos de 20 min.

En la Fig. 3.12 se muestra un esquema de la probeta utilizada en los ensayos. Se mecanizaron probetas planas con el fin de extraer el máximo número posible de ellas a partir de una muestra de ECAP. El mecanizado de las probetas planas a partir de la chapa laminada inicial de la aleación Al 7075 y de todas las muestras de ECAP se llevó a cabo según el esquema mostrado en la Fig. 3.13. En el caso de la chapa laminada inicial, (Fig. 3.13a), las probetas planas son paralelas al plano longitudinal-transversal con su eje de tracción paralelo a la dirección de laminación. En el caso de las muestras de ECAP (Fig. 3.13b) las probetas se mecanizaron paralelas al plano Z con su eje de tracción paralelo a la dirección de salida de la probeta de ECAP (eje X). Para evitar los efectos de la fricción en las paredes laterales del canal del ECAP se desecharon 1,25 mm de material a cada lado de la probeta. De cada probeta de ECAP se extrajeron por electroerosión un total de cuatro probetas de tracción.

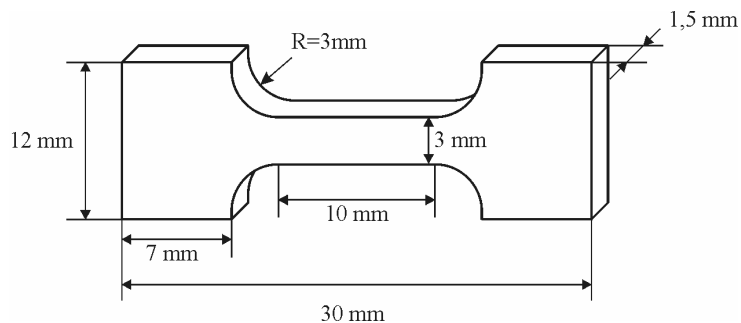


Fig. 3.12. Dimensiones de la probeta de tracción plana utilizada.

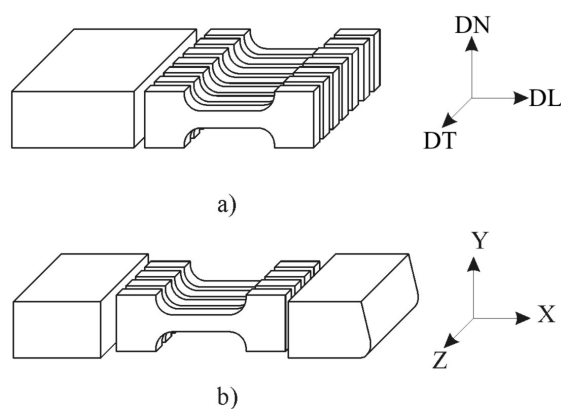


Fig. 3.13. Esquema del mecanizado de las probetas planas a partir de a) la chapa laminada inicial; b) las muestras de ECAP.

3.4.2.1 Tratamiento de las curvas de tracción

Las curvas de los ensayos de tracción se almacenan en datos de Fuerza-desplazamiento. Se convirtieron los datos F - d a curvas de tensión-deformación verdaderos (σ - ϵ). La conversión se llevó a cabo de acuerdo con las siguientes expresiones:

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{S_0}(1 + e) \quad (3.2)$$

$$\varepsilon = \ln(1 + e) \quad (3.3)$$

donde S_0 es la sección de las probetas antes de los ensayos y e es el alargamiento plástico de la probeta. Este tratamiento se ha aplicado a los ensayos a T_a de las probetas de Al-7%Si y a los ensayos a alta temperatura de las probetas de Al 7075. Los probetas de Al 7075 ensayadas a T_a presentaban poca deformación uniforme y se prefirió mostrar las curvas de tensión ingenieril, s , donde $s=F/S_0$, frente a alargamiento plástico, e .

Para estudiar las propiedades mecánicas a temperaturas intermedias-altas se han realizado ensayos a velocidad de deformación constante y ensayos con cambios en la velocidad de deformación en un intervalo de 200 – 400°C. Estos últimos consisten en ensayar una probeta a una temperatura fija realizando cambios en la velocidad de deformación durante el ensayo. Una vez corregida la curva acorde a las ecns. 3.2 y 3, se obtienen múltiples pares $\dot{\varepsilon} - \sigma$ característicos de la microestructura estudiada. Estos datos permiten obtener parámetros de fluencia tales como exponentes de la tensión, n , y energías de activación, Q , de forma fiable, rápida y con poco material. Estos parámetros han sido calculados directamente a partir de los pares $\dot{\varepsilon} - \sigma$ de acuerdo con las ecns. 3.4-6. Al calcularse directamente a partir de los datos experimentales, estos parámetros son exponentes y energías de activación aparentes (n_{ap} y Q_{ap}). La energía de activación se ha calculado entre dos pares de puntos $\dot{\varepsilon} - \sigma$ tanto a $\sigma/E = \text{cte}$ (ecn. (3.5)) como a $\dot{\varepsilon} = \text{cte}$ (ecn. (3.6)).

$$n_{ap} = \frac{\Delta \log \dot{\varepsilon}}{\Delta \log \sigma} \quad (3.4)$$

$$Q_{ap} = R \cdot \left[\frac{\Delta \ln(\dot{\varepsilon})}{\Delta \left(\frac{1}{T} \right)} \right]_{\sigma/E=\text{cte}} \quad (3.5)$$

$$Q_{ap} = n_{ap} R \cdot \left[\frac{\Delta \ln\left(\frac{\sigma}{E}\right)}{\Delta\left(\frac{1}{T}\right)} \right]_{\dot{\epsilon}=\text{cte}} \quad (3.6)$$

donde $R=8,31 \cdot 10^{-3}$ kJ/mol es la constante de los gases y E es el módulo de Young, cuya dependencia con T se encuentra en [114].

3.4.3 Ensayos de punzón semiesférico (SPT)

Este tipo de ensayo mecánico se utiliza normalmente en aplicaciones en las que se dispone de poco material para la elaboración de probetas. Se emplea habitualmente en aplicaciones de mecánica de fractura de materiales en servicio [115,116]. También se emplea en el campo de fluencia en aleaciones férreas [117-119]. En el presente trabajo se utilizó para evaluar las propiedades mecánicas a alta temperatura de muestras de la aleación Al 7075 procesadas por ECAP y HPT y hacer una comparación entre ambos procesados. Se seleccionó esta técnica debido a las pequeñas dimensiones de muestras resultantes de HPT, demasiado pequeñas para mecanizar probetas de tracción, y por su simetría axial.

La configuración experimental del ensayo SPT se puede ver en la Fig. 3.14. Una probeta cuadrada o circular de ~ 1 cm² de área y de espesor 0,5 mm se fija en el interior de una matriz de dos piezas sujetas por cuatro tornillos. La muestra queda centrada con el eje de la máquina de tracción donde se lleva a cabo el ensayo. La carga se comunica a la muestra mediante una varilla cilíndrica y una bola de acero de alta resistencia. En el diseño del dispositivo hay que tener en cuenta que al empezar el ensayo la muestra se flexiona hacia el canal inferior. Para evitar posibles efectos compresivos sobre la muestra, entre la bola y las paredes del canal inferior se debe cumplir la siguiente relación geométrica [120]:

$$d_2 \geq d_1 + 2e \quad (3.7)$$

donde d_1 y d_2 son el diámetro del canal superior e inferior, respectivamente, y e es el espesor de la muestra.

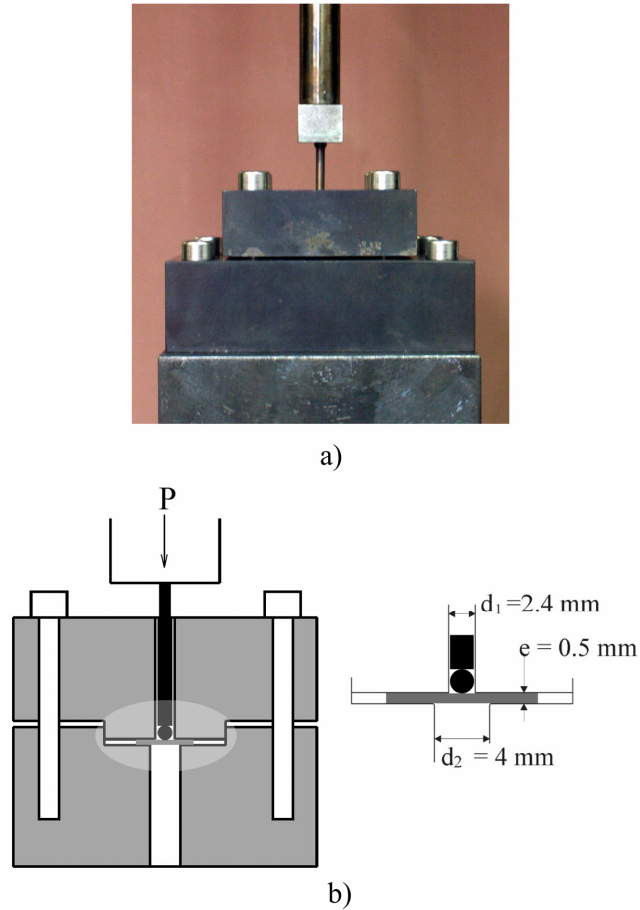


Fig. 3.14. Diseño y dimensiones del sistema SPT. a) Fotografía del sistema SPT; b) esquema con las dimensiones

El sistema SPT se acopló a la máquina de tracción *Servosis*. Los ensayos de muestras de ECAP se realizaron a temperaturas entre 250 y 400°C. Los de probetas HPT a 250 y 300°C. Antes de comenzar los ensayos, las probetas permanecieron 20 min a la temperatura escogida. Se realizaron a dos velocidades de ensayo $v_1 = 0,04$ mm/s y $v_2 = 0,004$ mm/s.

En un ensayo SPT la deformación sufrida por la probeta pasa por 4 etapas generalmente diferenciadas en las curvas fuerza frente a desplazamiento (F-d) [120]. En la Fig. 3.15a se muestra una curva F-d típica de un ensayo SPT en un metal dúctil. La etapa 1 consiste en deformación elástica. Una vez superado el límite elástico de la probeta, ésta sufre deformación por flexión durante la etapa 2.

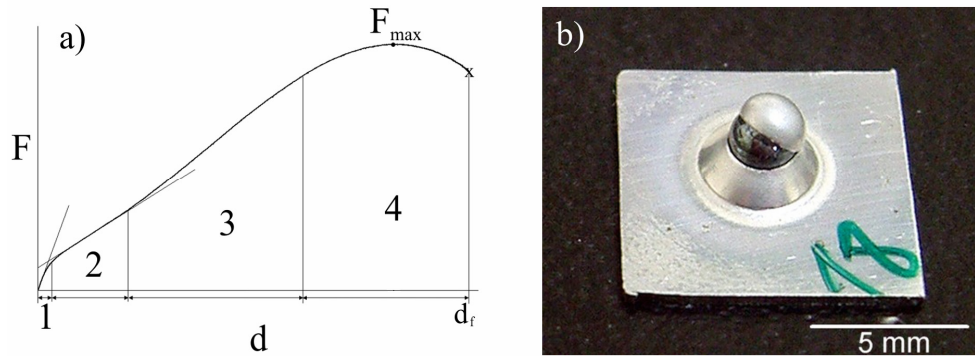


Fig. 3.15. a) Aspecto de una curva F-d en un ensayo SPT. b) Probeta ensayada a rotura.

A d mayor, la pendiente de la curva F-d aumenta y se entra en un intervalo lineal de F-d, en el que la deformación está dominada por estrechamiento de las paredes de la probeta que rodean la bola y la varilla, conocido como etapa de estrechamiento de la membrana (etapa 3). Durante la etapa 4 se produce la inestabilidad plástica y tiene lugar la estricción generándose una grieta que se propaga circularmente alrededor del cono deformado tal y como se muestra en la Fig. 3.15b.

En este tipo de ensayo, el indicador de ductilidad es el desplazamiento en el momento de la rotura de la muestra, y se denomina d_f . Dado que no se alcanza un estado de carga estacionario al igual que en los ensayos de tracción, hay que establecer un criterio para escoger el indicador de la resistencia. Se ha escogido un valor de F dentro de la zona de estrechamiento de membrana. En el apéndice 1 se ha calculado la relación entre la velocidad de travesaño, v , y la velocidad de deformación real, $\dot{\epsilon}$, que se ha asumido es función únicamente de v y d . Por lo tanto, dos muestras deformadas a la misma v , se deforman a la misma $\dot{\epsilon}$ a un mismo valor de d . De acuerdo con lo anterior, como indicador de la resistencia se ha escogido un determinado valor de F, denominado F_e , correspondiente a un valor de cierto desplazamiento, $d_e=1,4$ mm, en todas las probetas ensayadas. Como será explicado más adelante, el valor $d_e=1,4$ mm se escogió en virtud de las curvas obtenidas.

Con los valores de F_e correspondientes a muestras deformadas se estimó n_{ap} de acuerdo con la siguiente expresión:

$$n_{ap} = \frac{\Delta \log v}{\Delta \log F_e} \quad (3.8)$$

Capítulo 4

Aleación Al 7075

4 Aleación Al 7075

4.1 Procesado

Previamente al procesado, las muestras se sometieron a un tratamiento térmico de sobre-envejecimiento a 280°C durante 5 h. La razón de este tratamiento fue obtener una microestructura de partida estable, y minimizar así posibles procesos dinámicos, tales como nucleación y crecimiento de precipitados, que pudiesen tener lugar durante el procesado por ECAP a diferentes temperaturas. De aquí en adelante las muestras de material de partida son denominadas muestras 7075 O.

4.1.1 Procesado por ECAP

La ruta de procesado escogida para el procesado de la aleación Al 7075 es la ruta B_C. La elección está basada en una serie de trabajos publicados que indican que la ruta B_C es la más efectiva en términos de afino de grano y de generación de fronteras de grano de ángulo alto en una matriz de ECAP con $2\phi=90^\circ$ [12,32,121,122].

En la Tabla 4.1 se detallan las diferentes condiciones de procesado. La primera pasada de todas las muestras fue realizada siempre a temperatura

Tabla 4.1. Nomenclatura utilizada para designar la condición de las muestras del material de partida y del procesado.

Estado de las muestras	Nomenclatura abreviada
Estado del material de partida: 7075 T6 + sobre-envejecimiento durante 5h a 280°C	7075 O
1 pasada a T _a	1p
1 pasada a T _a + 2 pasadas a 130°C	3p 130°C
1 pasada a T _a + 4 pasadas a 130°C	5p 130°C
1 pasada a T _a + 7 pasadas a 130°C	8p 130°C
1 pasada a T _a + 2 pasadas a 80°C	3p 80°C
1 pasada a T _a + 2 pasadas a 180°C	3p 180°C

ambiente. Las pasadas siguientes se han realizado a tres T_p : 80, 130 y 180°C. Para estudiar el efecto de N se han procesado muestras con N creciente, 3, 5 y 8 pasadas, a la temperatura de 130°C. El efecto de T_p se ha analizado sobre muestras procesadas hasta un número total de 3 pasadas a las temperaturas señaladas de 80, 130 y 180°C.

Como ya se ha comentado anteriormente, todo el procesado de la aleación Al 7075 fue realizado en Grenoble utilizando la matriz de ECAP diseñada por el Prof. Edgar Rauch de la *ENSPG*, introducida en el cap. 2. Dado que la matriz de ECAP está acoplada a una máquina de tracción universal, se registró la fuerza aplicada (F_p) frente al desplazamiento del travesaño de la máquina (d) de todas las pasadas. En la Fig. 4.1 se muestra el aspecto de una curva F_p - d , en concreto de la primera pasada. El hecho de que la fuerza no sea constante a medida que va pasando la probeta tiene que ver con las fuerzas de fricción con las paredes del canal. Se ha considerado que un valor representativo de la fuerza necesaria para realizar una pasada es el valor máximo de fuerza en las curvas F_p - d . Se ha extraído el valor F_{max} de todas las curvas F_p - d , promediado para cada condición, y representado frente a N en la Fig. 4.2 para los diferentes estados deformados a las tres temperaturas. Como la primera pasada es común a todas las muestras, se grafica un solo valor de F_{max} . Al continuar con el procesado a la temperatura fija de 130°C (línea azul), F_{max} aumenta a medida que lo hace N sin que se alcance un valor claro de saturación. Por otro lado, se observa que F_{max} depende de la temperatura de procesado, siendo mayor cuanto menor es T_p , y viceversa.

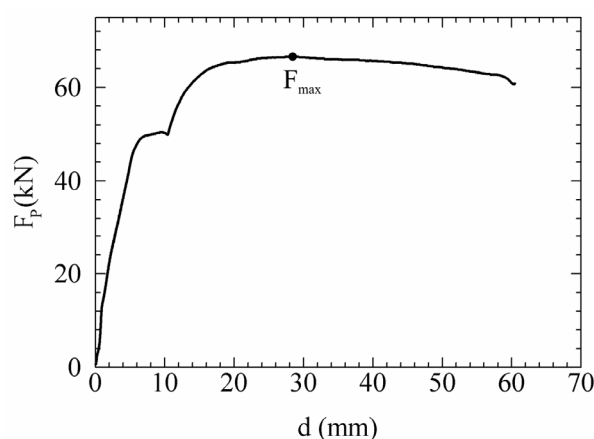


Fig. 4.1. Curva F - d registrada durante la primera pasada.

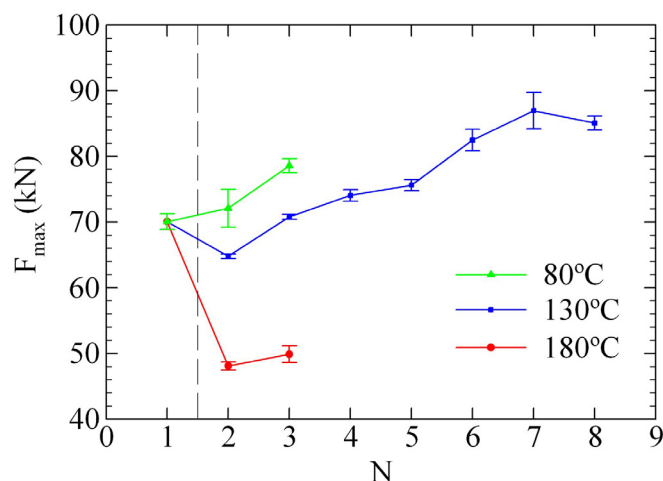


Fig. 4.2. Evolución de F_{\max} frente a N a las tres temperaturas de procesado.

4.1.2 Procesado por HPT

Se extrajeron muestras cilíndricas de 10 mm de diámetro y 1 mm de altura de muestras en estado 7075 O y se sometieron a 5 revoluciones de HPT a T_a a una presión de 6 GPa. Las muestras procesadas terminaron en forma de disco de unos 11 mm de diámetro y 0,7 mm de altura

4.2 Resultados

4.2.1 Microestructura

4.2.1.1 Material de partida

La microestructura de la aleación 7075 O se muestra en la Fig. 4.3. Se ha hecho un montaje en perspectiva isométrica con micrografías tomadas mediante MO en los planos perpendiculares a DL, DN y DT. Aunque las muestras se sometieron al recocido de sobre-envejecimiento, se conserva la estructura de granos alargados de las chapas originales. Estos granos son $\cong 350 \mu\text{m}$ de largo medidos en el plano perpendicular a DT.

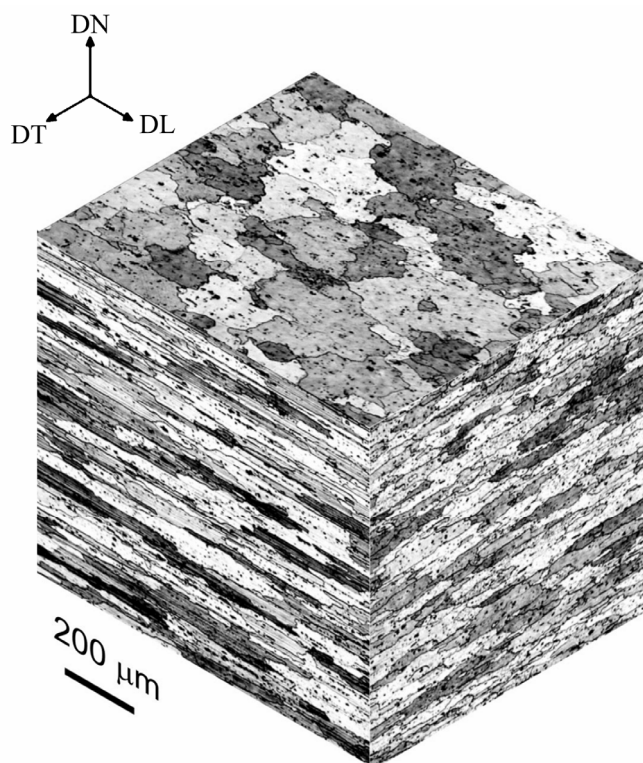


Fig. 4.3. Imagen en perspectiva isométrica de la microestructura de la aleación de partida 7075 O.

La microtextura del material de partida se obtuvo mediante la técnica EBSD-MEB. En la Fig. 4.4 se muestra un mapa de orientaciones obtenido en la sección DT de la placa de partida. El mapa se ha codificado según la orientación del eje Z de la muestra respecto a los ejes cristalográficos (001), (101) y (111) de una celda FCC, cuya leyenda se incluye en la Fig. 4.4. El mapa muestra la forma inicial de los granos alargados, producto de la laminación. El espesor de los granos es $\cong 15 \mu\text{m}$. Aunque el mapa fue tomado sobre el plano perpendicular a DT, las orientaciones individuales obtenidas se rotaron 90° alrededor de la dirección DL para ver el aspecto de las figuras de polos en el plano perpendicular a DN. Dichas figuras de polos revelan que, incluso después del recocido a 280°C , el material en estado sobre-envejecido mantiene una textura de laminación de Al.

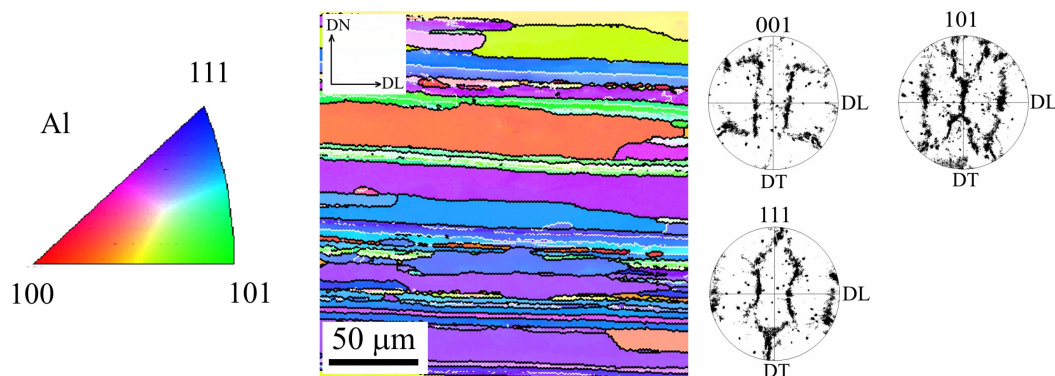


Fig. 4.4. Microtextura del material de partida 7075 O adquirida mediante la técnica EBSD.

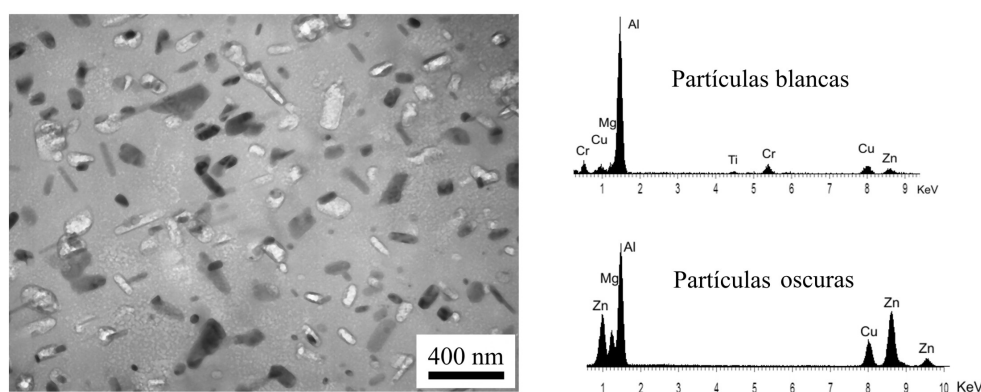


Fig. 4.5. Dos tipos de partículas presentes en la microestructura del material de partida 7075 O.

La inspección a mayores aumentos realizada mediante MET mostrada en la Fig. 4.5, revela la presencia de dos tipos de precipitados en la matriz de Al. Adjuntos a la imagen se muestran los espectros de difracción de rayos X correspondientes a las partículas blancas y a las partículas oscuras. Las partículas de color oscuro contienen Al, Mg, Zn y Cu. De acuerdo con la identificación de precipitados realizada por Wert [123] en una microestructura de una aleación Al 7075 sobre-envejecida, las partículas oscuras presentes en la Fig. 4.5 son $\text{Mg}(\text{Zn}_2\text{AlCu})$. Estos precipitados son el resultado del crecimiento de las fases η' y η durante el recocido de sobre-envejecimiento. Las partículas blancas aparecen en la microestructura de la aleación Al 7075 tras un tratamiento de

sobre-envejecimiento. De acuerdo a la identificación realizada por Ayer y col. [124] se trata de un precipitado basado en $\text{Al}_{18}\text{Mg}_3\text{Cr}_2$ con presencia sustitucional apreciable de Cu, Zn y Ti.

4.2.1.2 Muestras de ECAP

En la Fig. 4.6 se observa la microestructura de las muestras procesadas en el plano de observación Z observada mediante MET. Se muestra la microestructura resultante tras la primera pasada a T_a (Fig. 4.6a) y el procesado a 130°C hasta un número total de 3, 5 y 8 pasadas (Fig. 4.6b-d). La forma de las estructuras de (sub)grano generadas es alargada paralelamente a la dirección en la que tuvo lugar la cizalla en la última pasada de ECAP. Se aprecia una disminución del tamaño de

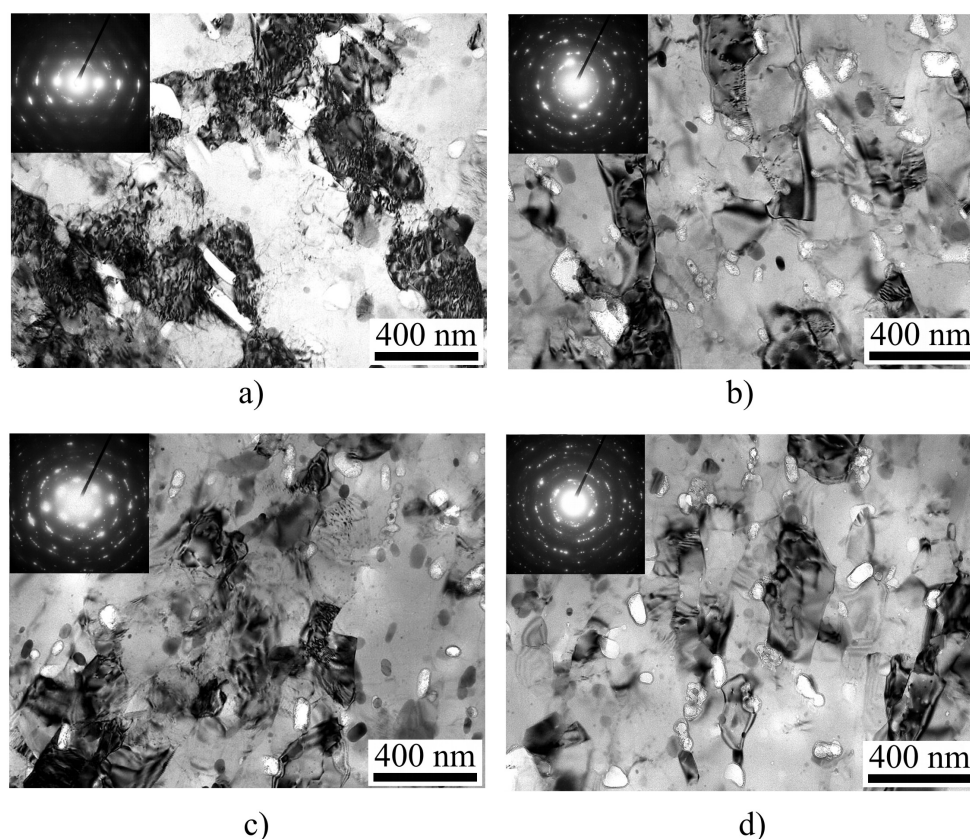


Fig. 4.6. Imágenes obtenidas por MET de la microestructura del material procesado: a) 1p; b) 3p130°C; c) 5 p130°C y d) 8 p130°C.

Tabla 4.2. Medida de L_Y (nm) de las estructuras de (sub)grano desarrolladas durante una pasada a T_a y resto de pasadas (hasta 8) a 130°C .

1p a T_a	3p	5p	8p
>400	200 ± 5	175 ± 6	163 ± 5

(sub)grano a medida que aumenta N . Con el objetivo de cuantificar el afino de grano, se realizaron aproximadamente 300 medidas de la longitud menor de las estructuras de (sub)grano, L_Y . Las medidas de L_Y se obtuvieron mediante el método de intercepción lineal, trazando líneas perpendiculares a la dirección de máximo alargamiento de las estructuras de (sub)grano en diferentes micrografías similares a las mostradas en la Fig. 4.6, y sin distinción de la desorientación de las fronteras. El valor medio de L_Y se proporciona en la Tabla 4.2. Se muestra que, a medida que N aumenta, el tamaño de las estructuras de grano generadas disminuye hasta un valor de $L_Y \sim 163$ nm. En las cuatro imágenes de la Fig. 4.6 se ha adjuntado el diagrama de difracción de electrones por selección de área. Tras la primera pasada (Fig. 4.6a), el diagrama muestra fundamentalmente un patrón individual de difracción, lo que significa que el área examinada presenta prácticamente la misma orientación cristalográfica, y como consecuencia, la desorientación relativa de las estructuras de grano es baja. A medida que N aumenta, el diagrama de difracción adquiere un aspecto en forma de anillos concéntricos. En lugar de obtener un patrón individual, se registran múltiples patrones, cada uno representativo de una orientación cristalográfica. Esto indica que la desorientación relativa de las estructuras de grano generadas aumenta con el número de pasadas.

En la Fig. 4.7 se muestran los resultados obtenidos mediante el sistema de indexación automatizada de patrones de difracción ACOM-MET (descrito en el capítulo 3) en las muestras 3p 130°C (Fig. 4.7a) y 8p 130°C (Fig. 4.7b). Se muestra un mapa de orientaciones codificado según orientación del eje Z de la muestra respecto a los ejes cristalográficos de una celda CCC. En los mapas se han representado las fronteras de (sub)grano con desorientación $>1^\circ$. Las fronteras con carácter de ángulo bajo ($<15^\circ$), LABs, se han delineado en color blanco, y las de carácter de ángulo alto ($>15^\circ$), HABs, en color negro. Se han adjuntado a los mapas las figuras de polos (001), (011) y (111) correspondientes.

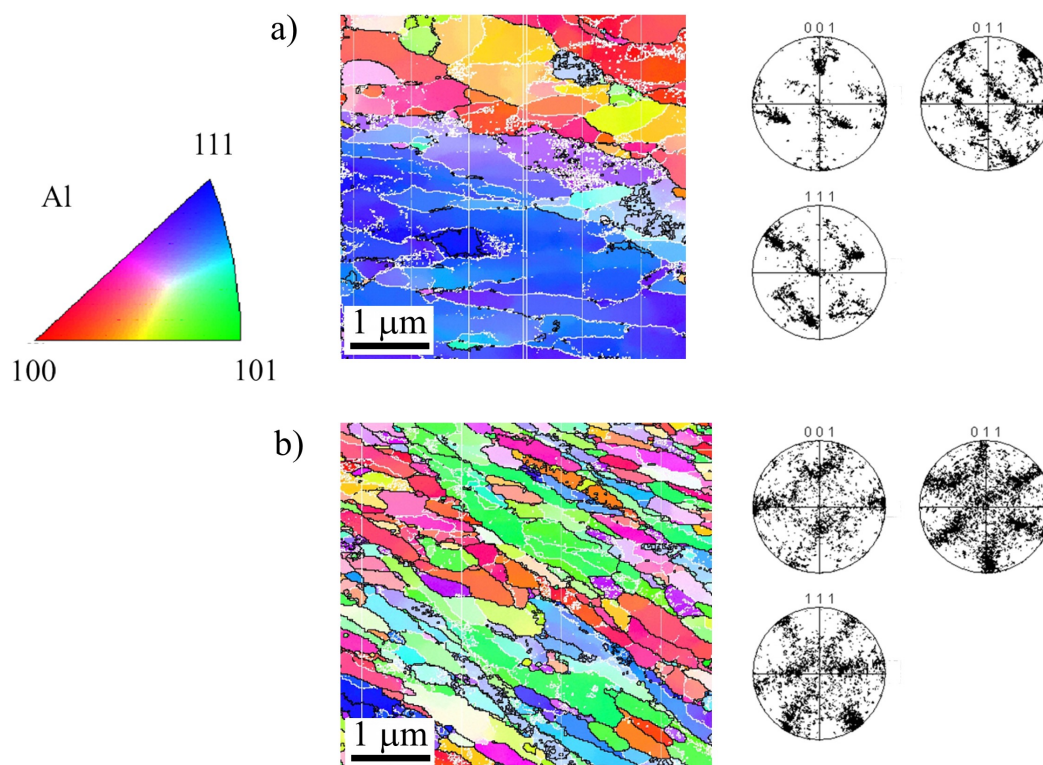


Fig. 4.7. Mapas de orientación y figuras de polos obtenidos mediante la técnica ACOM-MET a partir de material procesado a 130°C hasta a) 3 p y b) 8 p.

Los mapas de orientaciones de la Fig. 4.7 muestran que entre la pasada 3 y 8 hubo afino de la microestructura. Además, la desorientación relativa entre las estructuras de grano generadas aumentó con el número de pasadas, ya que la fracción de HABs, integrada en 4 mapas de orientaciones similares a los mostrados en la Fig. 4.7, aumentó de un 37% después de 3 pasadas a un 56% después de 8 pasadas. En cuanto a la textura, tras 3 pasadas (Fig. 4.7a) la textura pasó de ser de laminación (Fig. 4.4) a ser de cizalla. Este mapa en concreto, muestra dos orientaciones de cizalla prominentes, reflejadas en el mapa de orientaciones en color azul (eje Z cercano al eje (111)) y rojo-anaranjado (eje Z cercano al eje (100)). Tras 8 pasadas (Fig. 4.7b) la textura de la muestra sigue siendo de cizalla, pero en este caso consiste en la distribución de múltiples orientaciones a lo largo de las fibras A y B. Aunque los discos de MET fueron convenientemente marcados de acuerdo con la simetría monoclinica de las muestras de ECAP para poder situar el sistema de ejes XYZ, no fue posible

identificarlos en las imágenes debido a un inconveniente experimental: el portamuestras del microscopio inmoviliza las muestras por medio de una arandela roscada, y en el último giro de la arandela la muestra también gira perdiéndose la orientación de referencia correcta de los ejes.

En la Fig. 4.8 se muestra la estructura de (sub)granos de las muestras procesadas hasta un número total de 3 pasadas a tres temperaturas de procesado: 80, 130 y 180°C. Se ha afinado la microestructura con respecto al material de partida a las tres temperaturas de procesado; sin embargo, se aprecia que el afino producido a 80°C fue mayor que el producido a 130°C y a 180°C. La morfología de las estructuras de (sub)grano es también alargada. Con el objetivo de cuantificar el afino de grano producido en cada temperatura de procesado, se

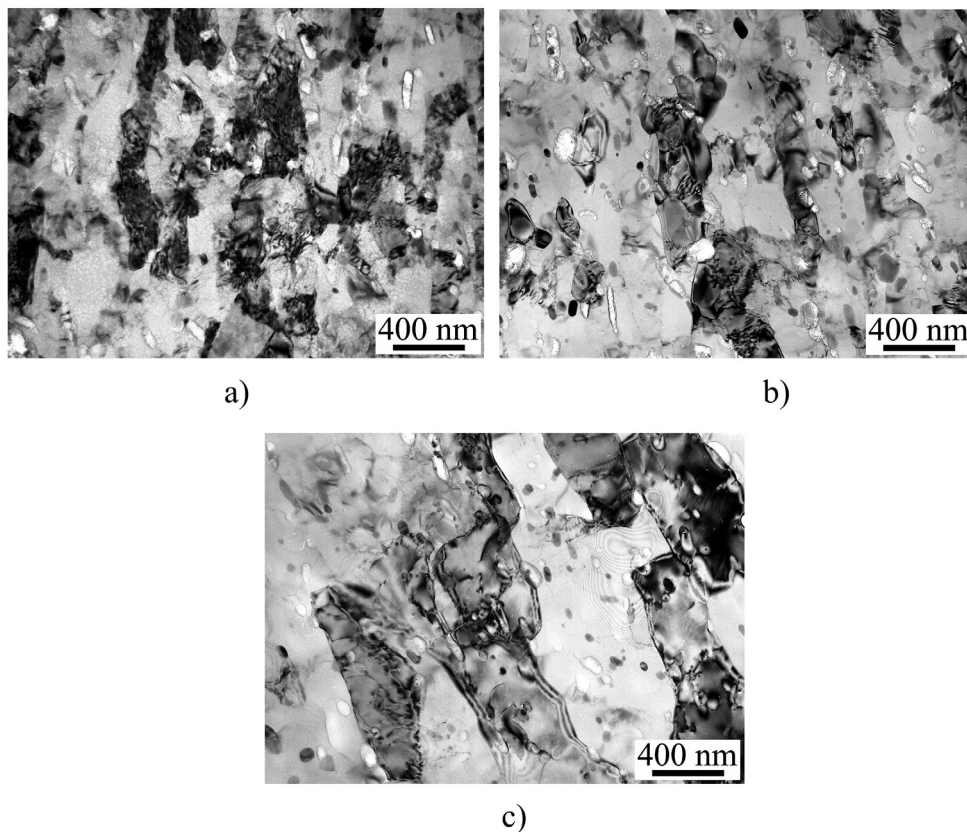


Fig. 4.8. Imágenes obtenidas por MET de la microestructura del material sometido a 3 pasadas de ECAP a una temperatura de procesado de a) 80°C; b) 130°C y c) 180°C.

Tabla 4.3. Medida de L_Y (nm) de las estructuras de (sub)grano desarrolladas en las muestras 3p 80°C, 3p 130°C y 3p 180°C.

80°C	130°C	180°C
153 ± 5	200 ± 5	318 ± 17

realizaron aproximadamente 300 medidas L_Y de las estructuras alargadas en diferentes micrografías similares a las mostradas en la Fig. 4.8. El valor medio de L_Y se proporciona en la Tabla 4.3, siendo en el caso de $T_P = 80^\circ\text{C}$ menos de la mitad (153 nm) que a $T_P = 180^\circ\text{C}$ (318 nm).

4.2.1.3 Envejecimiento artificial T6

Una muestra procesada en estado 8p 130°C y de espesor 0,5 mm se sometió a un tratamiento de envejecimiento artificial T6. En primer lugar se realizó una puesta en solución sólida en un baño de sales a 465°C durante 10 min, que es el tiempo recomendado para muestras de tal espesor [125]. Acto seguido se templó la muestra en agua y fue sujeta a un envejecimiento artificial en aceite a 135°C durante 14 h. La microestructura se caracterizó mediante EBSD, y el resultado se muestra en la Fig. 4.9. Se observa una distribución bimodal de tamaños de grano equiaxiales de aproximadamente 4 y 20 μm , que indica una recrystalización parcial ocurrida durante la etapa de puesta en solución sólida. La temperatura de puesta en solución (485°C) es lo suficientemente alta para que tenga lugar la recrystalización, pero el tiempo (10 min) es demasiado corto para que ésta se complete.

4.2.1.4 Microestructura del material procesado por HPT

En la Fig. 4.10 se muestra una imagen obtenida por MET de la microestructura resultante tras el procesado mediante HPT. La microestructura pertenece a una zona periférica de la muestra procesada, que tiene forma de disco. Se trata de una microestructura formada por granos equiaxiales con un tamaño de (sub)grano obtenido por el método de intercepción lineal de $L = 95 \pm 5$ nm (promedio de 300 medidas de L en direcciones arbitrarias). La dispersión en forma de anillos concéntricos en el diagrama de difracción obtenido por SAED

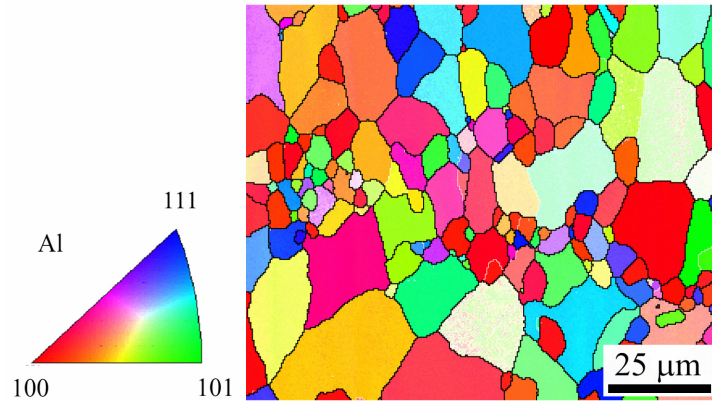


Fig. 4.9. Mapa EBSD de la muestra 8p 130°C T6

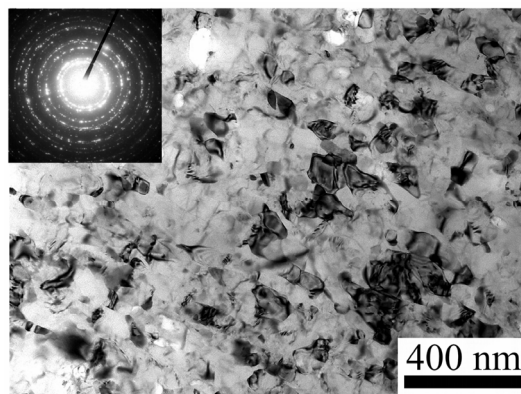


Fig. 4.10. Imagen obtenida por MET de la microestructura del material procesado por HPT.

indica una alta desorientación relativa entre las estructuras de grano generadas durante el procesado.

4.2.2 Dureza Vickers

Se han realizado medidas de dureza Vickers de las muestras procesadas en la investigación. Los datos se incluyen en la Tabla 4.4. En todas las probetas procesadas se observa un aumento de HV con respecto al material de partida 7075 O. En las probetas procesadas a 130°C, se observa un aumento de HV a medida que se realizan pasadas hasta HV~133. En el caso de muestras sujetas a 3 pasadas,

Tabla 4.4. Microdureza HV de la aleación de partida y de las muestras procesadas

Estado	HV*
7075 O	76 ± 1
1p T _a	115 ± 1
3p 130°C	120 ± 2
5p 130°C	130 ± 1
8p 130°C	133 ± 1
3p 80°C	135 ± 2.5
3p 180°C	89 ± 1
HPT**	212 ± 9
7075 T6	186 ± 6
8p 130°C + T6	178 ± 2

*Cargas utilizadas de 0,5 y 1Kg

**Medidas realizadas en la periferia de la muestra

se observa un aumento de HV cuanto menor es T_p. Las muestras procesadas mediante ECAP muestran valores de HV inferiores al mostrado por la Al 7075 en estado T6 (HV \cong 186). En cambio, la muestra procesada mediante HPT en las regiones periféricas del disco procesado, muestra un valor de HV \cong 212, superior a las muestras de ECAP e incluso superior al valor mostrado por la aleación Al 7075 T6.

En la Tabla 4.4 también se incluye la dureza de una probeta 8p 130°C sometida un envejecimiento artificial T6, cuya microestructura se muestra en la Fig. 4.9. La dureza es HV \cong 178, es ligeramente inferior a la dureza comúnmente mostrada por la aleación Al 7075 en estado T6.

En la Fig. 4.11 se muestra un perfil de HV a lo largo de un diámetro de un disco HPT. Para evitar la interferencia entre huellas de dureza contiguas, se han realizado huellas de 30-40 μ m de diagonal espaciadas 250 μ m, lo que supone entre 5-7 veces el tamaño de huella. La dureza más alta se observa en las regiones periféricas del disco HPT y es el valor mostrado en la Tabla 4.4, HV \cong 212. En la región central, en un diámetro de \sim 2 mm (área sombreada en la Fig. 4.11) se observa una depresión en los valores de dureza hasta HV \sim 120. Esta depresión es

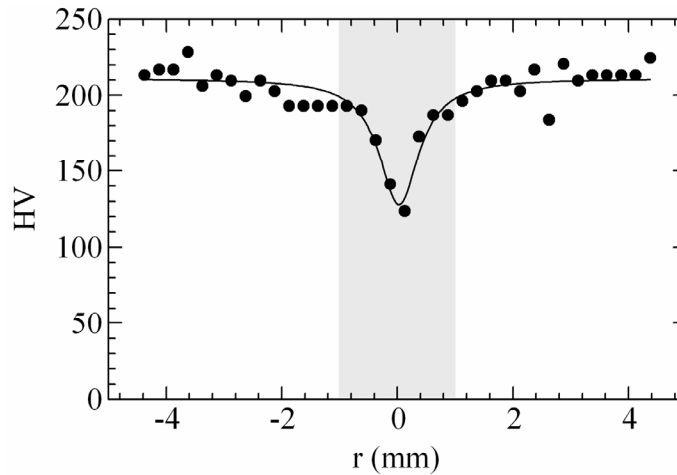


Fig. 4.11. Perfil de medidas de HV a lo largo de un diámetro de una muestra procesada mediante HPT

común en aleaciones procesadas mediante HPT y refleja la simetría axial de la deformación introducida (ecn.(2.19)).

Estos resultados serán utilizados para comparar la resistencia a T_a de las diferentes muestras.

4.2.3 Ensayos de tracción a T_a de probetas de partida y de ECAP

Se han realizado ensayos de tracción uniaxial a T_a con probetas de la aleación de partida y del material procesado en cada una de los estados enumerados en la Tabla 4.1, mostrándose las curvas de tracción en una representación de tensión ingenieril, s , frente a alargamiento plástico, e , en la Fig. 4.12. En la Fig. 4.12a se representan las curvas de tracción del material de partida, de la muestra sujeta a $1p$ a T_a , y de las muestras procesadas hasta un número total, N , de 3, 5 y 8 pasadas a una temperatura fija de 130°C . Se aprecia un aumento del límite elástico y de la tensión máxima a medida que N aumenta. En la Fig. 4.12b se representan las curvas de tracción del material de partida y de las muestras procesadas hasta 3 pasadas a las temperaturas, T_p , de 80 , 130 y 180°C . Esta figura muestra que, a igualdad de número de pasadas, cuanto menor es T_p mayor es la resistencia y menor el alargamiento del material procesado.

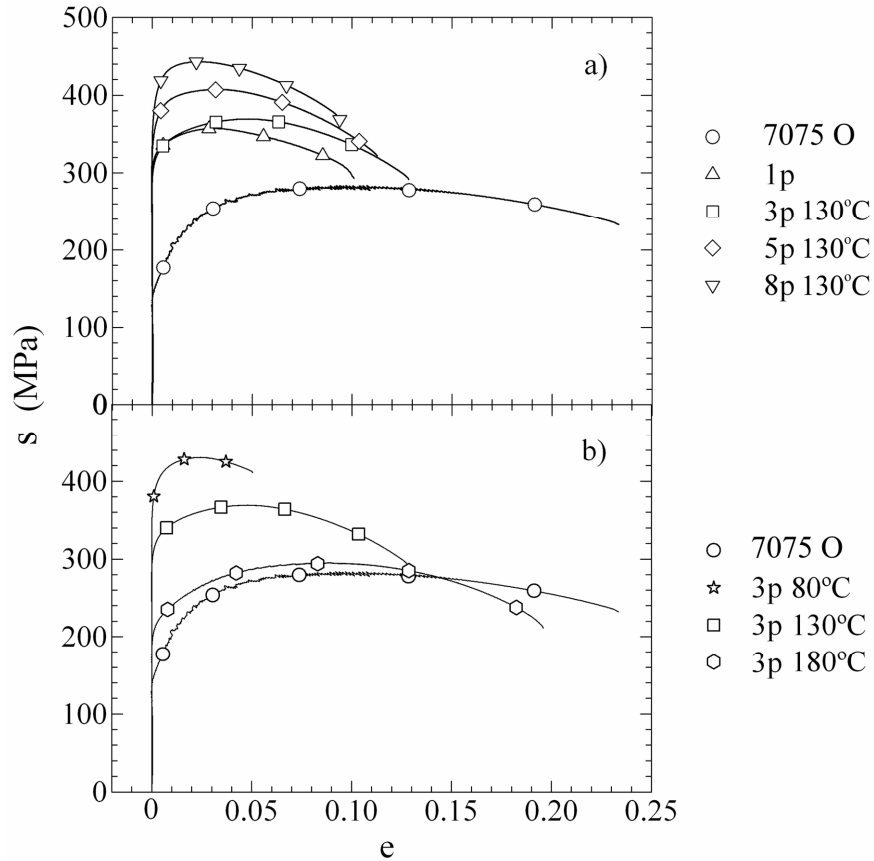


Fig. 4.12. Curvas de tracción de la aleación de partida y de las muestras procesadas: a) 1ª pasada a T_a y hasta un número total de 3, 5 y 8 pasadas a 130°C; b) hasta un número total de 3 pasadas a 80, 130 y 180°C.

Las propiedades mecánicas de todas las muestras estudiadas se han resumido en la Tabla 4.5 en la que se incluyen los valores de límite elástico, dado por la tensión a una deformación 0,2%, $s_{0,2}$; la tensión máxima de la curva, s_{max} ; el alargamiento plástico uniforme, e_u , definido como el alargamiento plástico correspondiente a la tensión máxima en la curva de tracción; y el alargamiento plástico en el punto de rotura de la muestra, e_F .

Tabla 4.5. Propiedades mecánicas del material de partida y de las muestras procesadas.

Estado	$s_{0,2}$ (MPa)	s_{max} (MPa)	e_u (%) *	e_F (%)
7075 O	155	284	$9,8 \pm 1,4$	26
1p	325	357	$3,1 \pm 0,5$	10
3p 130°C	320	369	$4,8 \pm 0,7$	13
5p 130°C	364	407	$3,3 \pm 0,6$	11
8p 130°C	399	442	$2,4 \pm 0,5$	9
3p 80°C	392	431	$2,4 \pm 0,5$	5
3p 180°C	215	295	$8,8 \pm 1,2$	20

* El intervalo $e_u \pm \Delta e_u$ se ha definido como el conjunto de valores de e correspondientes al intervalo $[s_{max}-1 \text{ MPa}, s_{max}]$.

4.2.4 Tracción a alta temperatura de probetas de partida y de ECAP

Se han realizado ensayos de tracción a temperaturas intermedias y altas con el fin de dar con las condiciones más idóneas de $\dot{\epsilon}$ y T en las que hay un incremento importante de la ductilidad. Para ello se han realizado ensayos con cambios en la velocidad de deformación y ensayos a velocidad de deformación constante.

4.2.4.1 Ensayos de cambios en la velocidad de deformación

Los ensayos se han realizado como muestra la Fig. 4.13. El ensayo comienza a una velocidad de travesaño constante inicialmente equivalente a una velocidad de deformación $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$. Tras una deformación plástica de $\sim 15\text{-}20\%$, comienza una secuencia de cambios de bajada en $\dot{\epsilon}$ cada $\sim 2\text{-}4\%$ de deformación hasta $\dot{\epsilon} \sim 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Seguidamente, se realiza una secuencia de cambios de subida en $\dot{\epsilon}$ hasta $\sim 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, velocidad a la que finaliza el ensayo. Las curvas inicialmente obtenidas como pares de fuerza-desplazamiento, se convirtieron a curvas tensión-deformación reales (σ - ϵ) con arreglo a las ecns. (3.2) y (3.3).

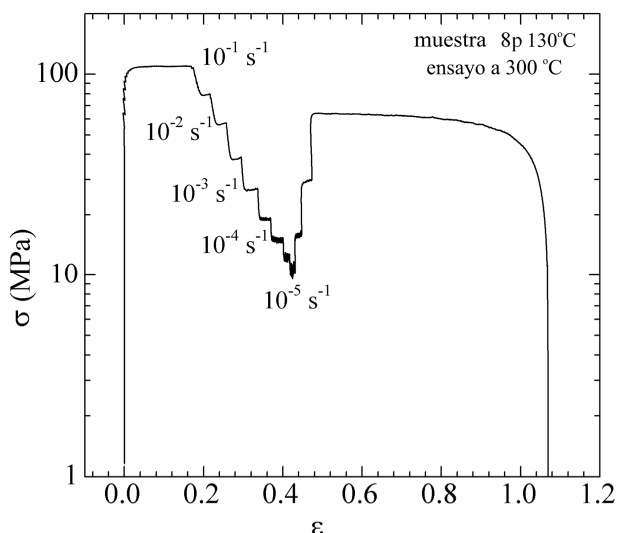


Fig. 4.13. Curva típica σ - ϵ de un ensayo de tracción con cambios en la velocidad de deformación realizado en la presente investigación.

De las curvas de ensayos con cambios en $\dot{\epsilon}$ se han extraído pares $\dot{\epsilon}$ - σ y se han representado en doble escala logarítmica. En la Fig. 4.14 se representan los resultados de los ensayos realizados con probetas del material de partida y procesado en condición 8p 130°C en un intervalo de temperaturas de 200 a 400°C. En cada gráfica, que corresponde a una temperatura de ensayo, se muestran los pares $\dot{\epsilon}$ - σ resultantes del ensayo de una probeta de material de partida y otra de 8p 130°C. Los símbolos vacíos de color negro representan los pares $\dot{\epsilon}$ - σ obtenidos en los primeros cambios de velocidad de deformación, referidos de aquí en adelante como “saltos de bajada”. Los símbolos sólidos de color rojo representan los pares $\dot{\epsilon}$ - σ obtenidos en los cambios finales de $\dot{\epsilon}$ desde $\dot{\epsilon} = 10^{-5}$ a 10^{-2} s^{-1} , referidos de aquí en adelante como “saltos de subida”. Las curvas de bajada $\dot{\epsilon}$ - σ del material de partida y de 8p 130°C se cruzan, siendo el material procesado más resistente a la fluencia que el de partida a valores de $\dot{\epsilon} > 3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. A medida que se aumenta la temperatura de ensayo la curva $\dot{\epsilon}$ - σ de 8p 130°C se va desplazando, respecto a la curva del material de partida, hacia valores de σ más bajos, lo que significa que a mayores temperaturas de ensayo el material procesado se ablanda en relación al de partida. Esta tendencia se observa hasta $T=350^\circ\text{C}$. A 400°C la curva $\dot{\epsilon}$ - σ de la probeta 8p 130°C prácticamente coincide con la del material de partida.

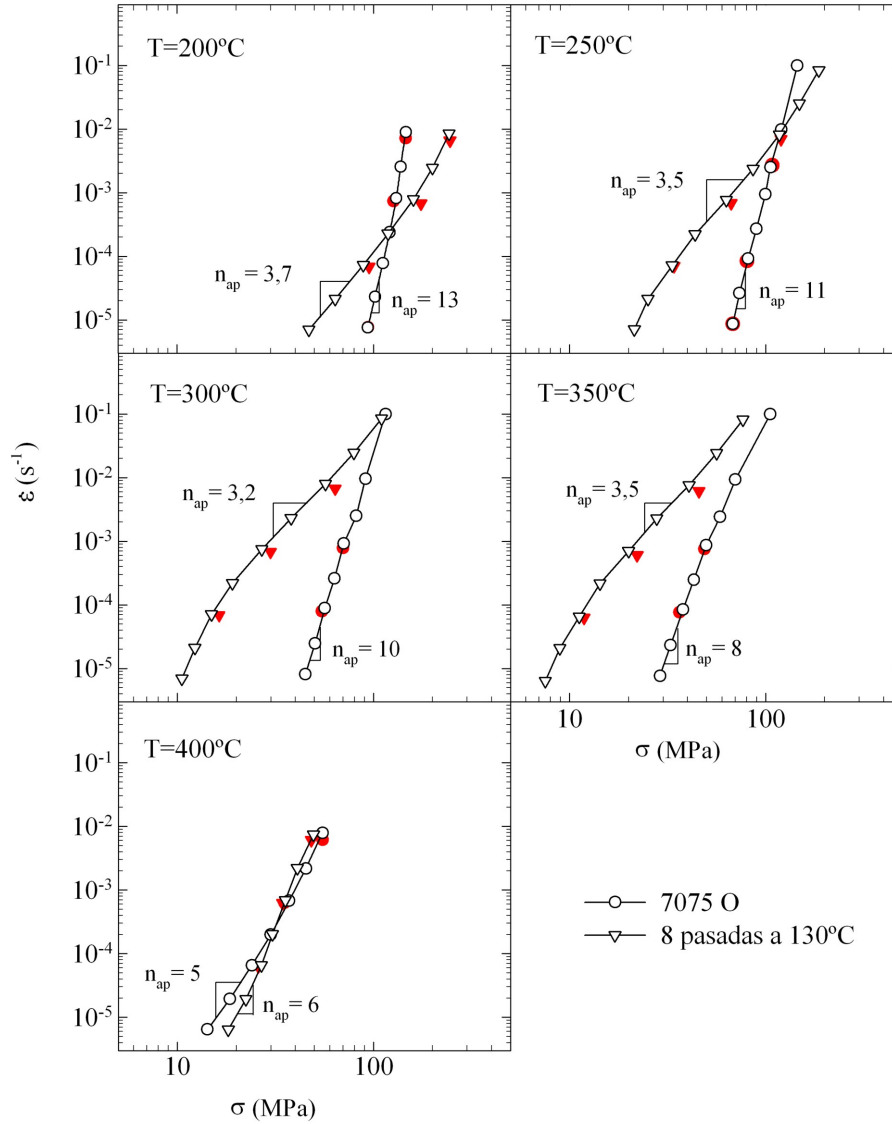


Fig. 4.14. Curvas $\dot{\epsilon}$ - σ de probetas del material de partida y del procesado en la condición 8p 130°C en un intervalo de temperaturas de ensayo de 200 a 400°C.

En las curvas $\dot{\epsilon}$ - σ correspondientes a los saltos de bajada se ha indicado el valor mínimo del exponente de la tensión experimental, n_{ap} , a la velocidad de deformación en la que se ha calculado. El exponente n_{ap} es la pendiente de las curvas $\dot{\epsilon}$ - σ en escala log-log en un punto dado, y se calcula de acuerdo con la ecn. (3.4). A 200°C la muestra de 8p 130°C muestra valores de n_{ap} menores que

los del material de partida en todo el intervalo de velocidades de deformación, signo de mayor sensibilidad a la velocidad de deformación. El valor mínimo de n_{ap} a 200°C se observa a velocidades bajas ($3 \cdot 10^{-5} s^{-1}$) en ambas probetas, siendo mucho menor en la muestra procesada ($n_{ap} = 3,7$) que en la de partida ($n_{ap} = 13$). Las muestras 8p 130°C muestran valores de n_{ap} menores que las de material de partida hasta $T=350^\circ C$. Además, mientras que el valor mínimo de n_{ap} en el material de partida se registra a las velocidades de deformación más bajas a todas las temperaturas de ensayo, en las muestras 8p 130°C se registra a velocidades de deformación cada vez más altas hasta $T = 350^\circ C$. A $T = 400^\circ C$ se observan valores de n_{ap} similares en ambas muestras y el valor mínimo se observa de nuevo a velocidades de deformación bajas ($n_{ap} = 5-6$).

Los pares $\dot{\epsilon}$ - σ correspondientes a cambios de subida (en color rojo en la Fig. 4.14) en el material de partida caen en la misma línea que los cambios de bajada. En cambio, en el caso de 8p 130°C hasta 350°C los pares $\dot{\epsilon}$ - σ correspondientes a saltos de subida caen fuera de la línea de los saltos de bajada y sistemáticamente en valores de tensión mayores. A 400°C los pares $\dot{\epsilon}$ - σ correspondientes a saltos de subida de la probeta 8p 130°C coinciden con los saltos de subida al igual que en el material de partida. Se debe hacer notar que durante los cambios de subida, la probeta ya llevaba alrededor de 45 min más a la temperatura de ensayo que durante los cambios de bajada. Estos datos serán muy útiles para determinar los mecanismos de deformación que operan a alta temperatura debido a su diferente dependencia microestructural.

En la Fig. 4.15 se han representado las curvas $\dot{\epsilon}$ - σ obtenidas mediante ensayos de cambios en la velocidad de deformación realizados a 250 y 300°C del material de partida y del sometido a 1 pasada a T_a y hasta 3, 5 y 8 pasadas a 130°C. Estas figuras ponen de manifiesto el efecto del número total de pasadas (N), que consiste en el desplazamiento de las curvas $\dot{\epsilon}$ - σ hacia tensiones de fluencia menores a medida que aumenta N , en relación al material de partida, a ambas temperaturas de ensayo. Este efecto es muy importante a bajas $\dot{\epsilon}$, donde la tensión de fluencia llega a ser cuatro veces inferior en la muestra 8p 130°C que en la aleación de partida.

Del mismo modo, en la Fig. 4.16 se han representado las curvas $\dot{\epsilon}$ - σ obtenidas mediante ensayos en cambios en la velocidad de deformación realizados a 250 y 300°C del material de partida y del sometido hasta 3 pasadas a 80, 130 y 180°C. Estas figuras ilustran el efecto de T_p sobre las curvas $\dot{\epsilon}$ - σ en relación al

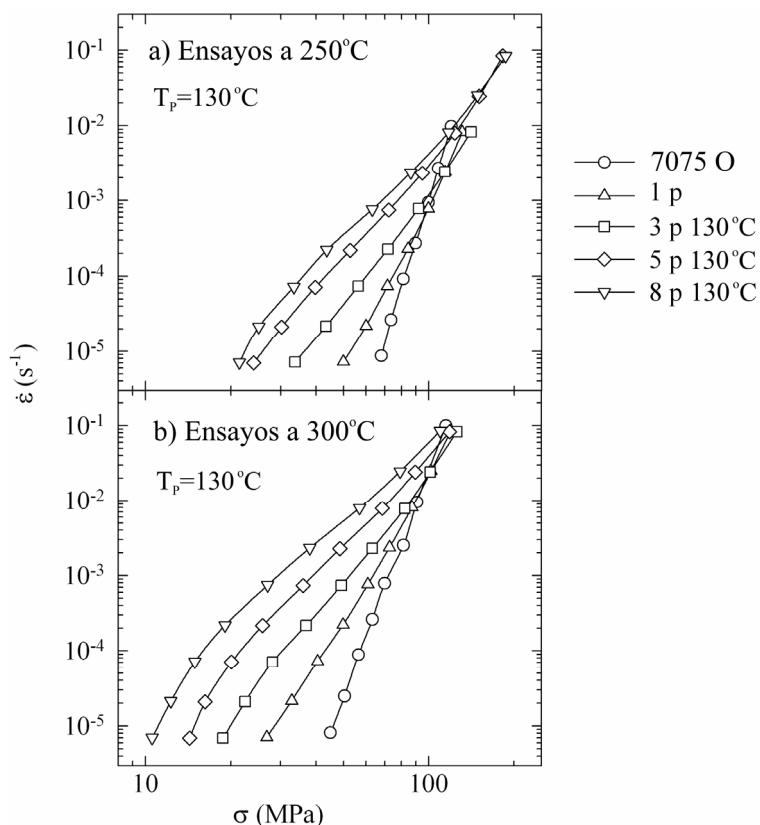


Fig. 4.15. Efecto del número de pasadas (N) en los datos $\dot{\epsilon}$ - σ obtenidos mediante ensayos con cambios en la velocidad de deformación realizados a $T_p = 130^\circ\text{C}$: a) 250°C y b) 300°C .

material de partida, que es el desplazamiento hacia tensiones de fluencia menores cuanto más baja es T_p . Este hecho es especialmente importante a $\dot{\epsilon}$ bajas, similarmente al efecto del aumento de N .

4.2.4.2 Ensayos a velocidad de deformación constante

Las curvas σ - ϵ de los ensayos de tracción a $\dot{\epsilon}$ constante de probetas de material de partida 7075 O y de material procesado por ECAP en todas las condiciones enumeradas en el ap. 4.1, se muestran en las Figs. 4.17-23. Cada velocidad de deformación está caracterizada por un color. Las velocidades de deformación empleadas fueron 10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} s^{-1} y 10^{-4} s^{-1} . Las propiedades mecánicas extraídas de las curvas mostradas en las Figs. 4.17-23 se resumen en

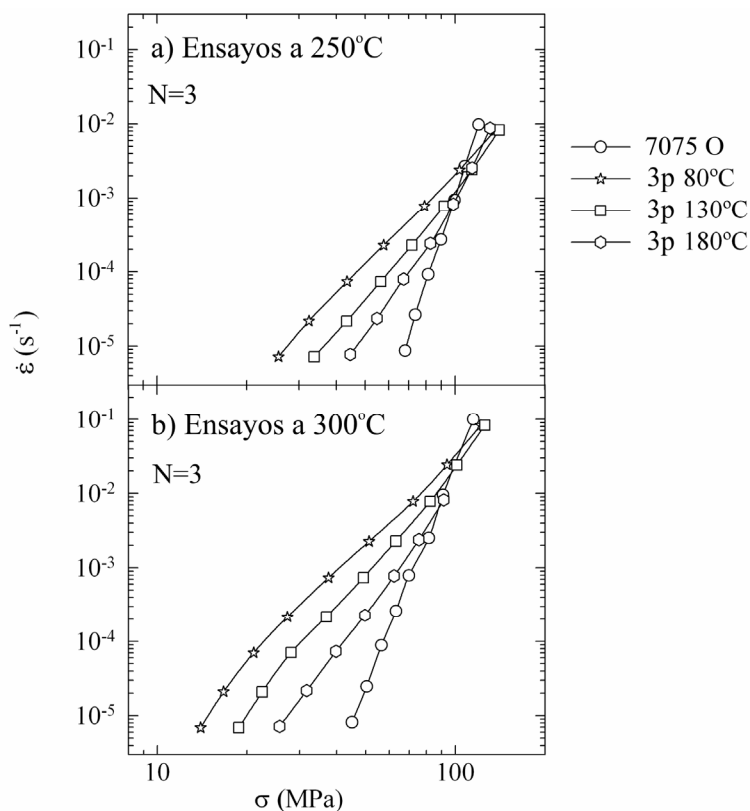


Fig. 4.16. Efecto de la temperatura de procesado (T_p) en los datos $\dot{\epsilon}$ - σ obtenidos mediante ensayos con cambios en la velocidad de deformación sometidos a $N=3$: a) 250°C y b) 300°C

las Tablas 4.6-12. Para cada condición de T y $\dot{\epsilon}$, se incluyen los valores de $\sigma_{0,2}$, σ_{\max} , la deformación verdadera a rotura, ϵ_F , y el alargamiento plástico a rotura, e_F .

En las Figs. 4.17 y 18 se muestran las curvas σ - ϵ de las probetas de 7075 O y 8p130°C respectivamente. Las probetas 7075 O se ensayaron de 250 a 400°C. A una velocidad de deformación determinada se observa que el aumento de la temperatura de ensayo produce un descenso de σ y aumento de la ϵ_F . En cambio, esta misma tendencia se observa en las probetas de 8p 130°C solamente hasta 300°C, a la que la ductilidad máxima fue $\epsilon_F = 1,44$ a $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$. A 350°C se observa un descenso importante en la ductilidad a todas las velocidades de ensayo con respecto a la de las probetas ensayadas a 250 y 300°C, siendo $\epsilon_F = 0,72$ a

$\dot{\varepsilon}=10^{-3}\text{s}^{-1}$. Este valor es muy próximo al mostrado por las muestras 7075 O en las mismas condiciones de ensayo. En general, la ductilidad de todas las muestras procesadas es menor a 350°C, ya que 350°C es una temperatura límite a la que los cambios microestructurales provocan un cambio en el mecanismo de deformación. Este aspecto se discute en mayor detalle en el apartado de discusión. Las propiedades mecánicas extraídas de dichos ensayos se encuentran resumidas en las Tablas 4.6-12

El efecto de N en las propiedades mecánicas se observa en los datos a 250 y 300°C. Las curvas σ - ε de probetas de 1p T_a , 3p, 5p y 8p 130°C se muestran en las Figs. 4.19, 20, 21 y 18, respectivamente. En general, se observa que para una temperatura de ensayo y $\dot{\varepsilon}$ determinadas, la ductilidad aumenta con N . Ya después de 1p a T_a las probetas son más dúctiles que las de 7075 O. A medida que se realizan pasadas ε_F aumenta hasta sobrepasar $\varepsilon_F = 1,1$ (equivalente a $e_F=200\%$) en varias ocasiones a partir de 5p 130°C. Los valores de ε_F más destacables en la muestra 8p 130°C son $\varepsilon_F = 1,44$ ($e_F=320\%$) a 300°C y $\dot{\varepsilon}=10^{-3}\text{s}^{-1}$; $\varepsilon_F = 1,13$ ($e_F=210\%$) a 300°C y $\dot{\varepsilon}=10^{-2}\text{s}^{-1}$; y $\varepsilon_F = 1,22$ ($e_F=237\%$) a 250°C y $\dot{\varepsilon}=10^{-4}\text{s}^{-1}$. A 350°C los alargamientos de las muestras procesadas, aunque mayores que los mostrados por 7075 O ensayadas en las mismas condiciones, generalmente son inferiores a los mostrados a 300°C, y en ningún caso superan el 200%.

El efecto de T_P en las propiedades mecánicas se observa igualmente a 250 y 300°C. Las curvas σ - ε de probetas 3p 80, 130 y 180°C se muestran en las Figs. 4.22, 20 y 23, respectivamente. En general, se observa que para una temperatura de ensayo y $\dot{\varepsilon}$ determinadas, la ductilidad es mayor a T_P menores. Después de 3 pasadas, $\varepsilon_F = 1,1$ ($e_F=200\%$) únicamente se supera en las muestras procesadas a 80°C. El resultado más destacable es $\varepsilon_F = 1,2$ ($e_F=232\%$) a 300°C y $\dot{\varepsilon}=10^{-3}\text{s}^{-1}$. Una vez más, a 350°C los alargamientos de las muestras procesadas, aunque mayores que los mostrados por 7075 O ensayadas en las mismas condiciones, no superan alargamientos de 200% excepto en la muestra 3p 80°C ensayada a 10^{-2}s^{-1} , que llega a 206%.

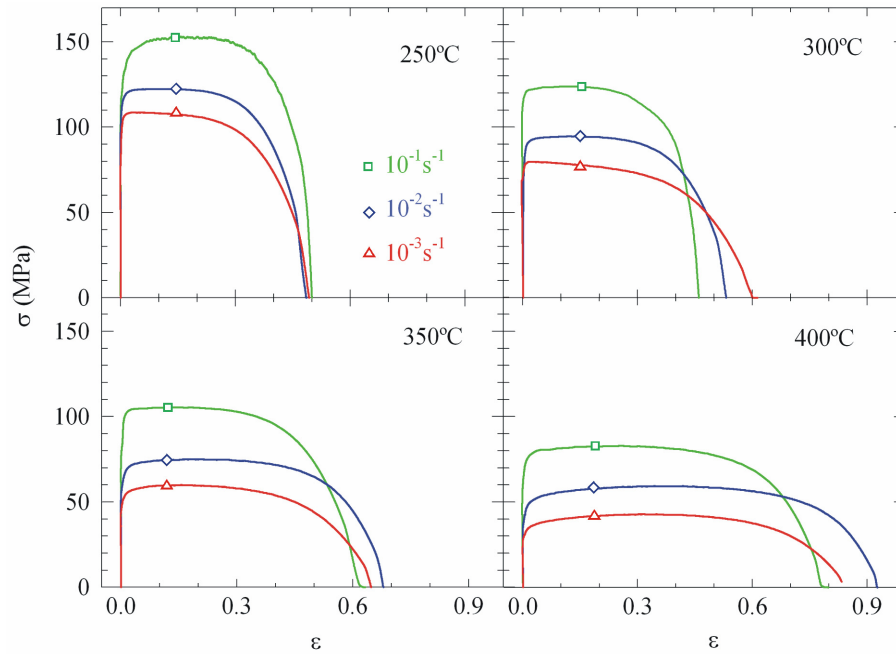


Fig. 4.17. Curvas de tracción a velocidad de deformación constante de probetas 7075 O

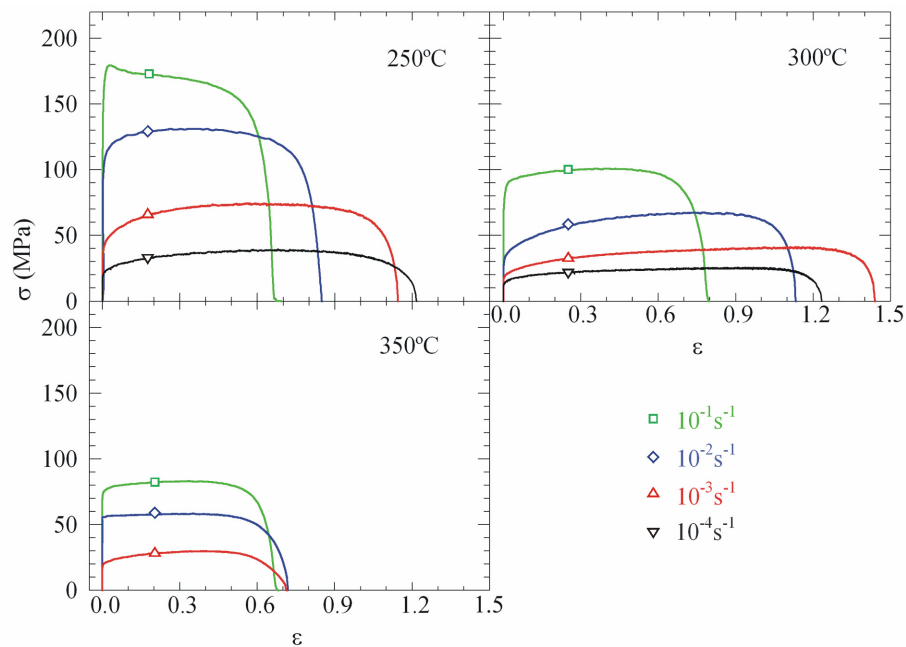


Fig. 4.18. Curvas de tracción a velocidad de deformación constante de probetas 8p 130°C

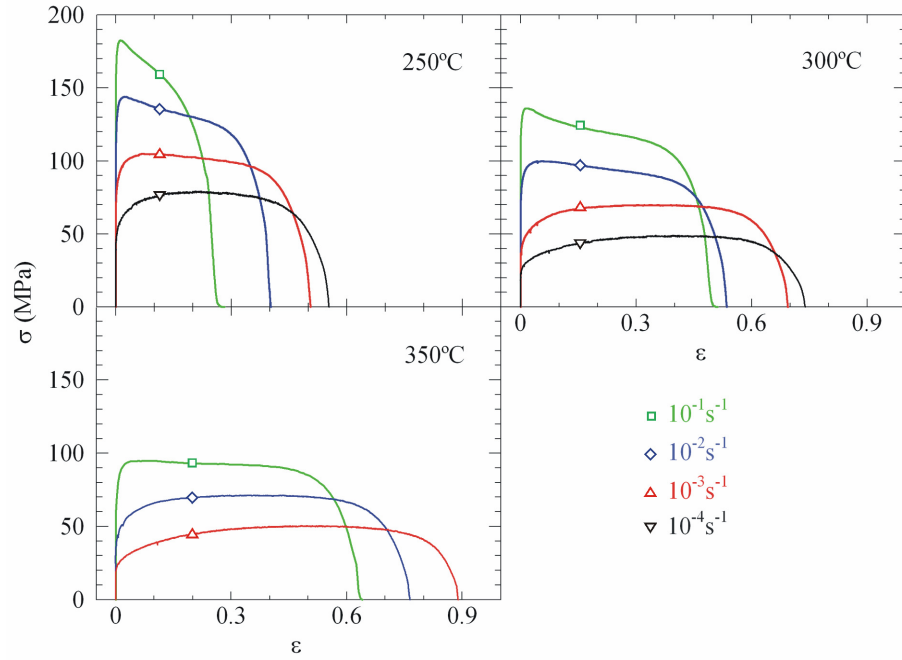
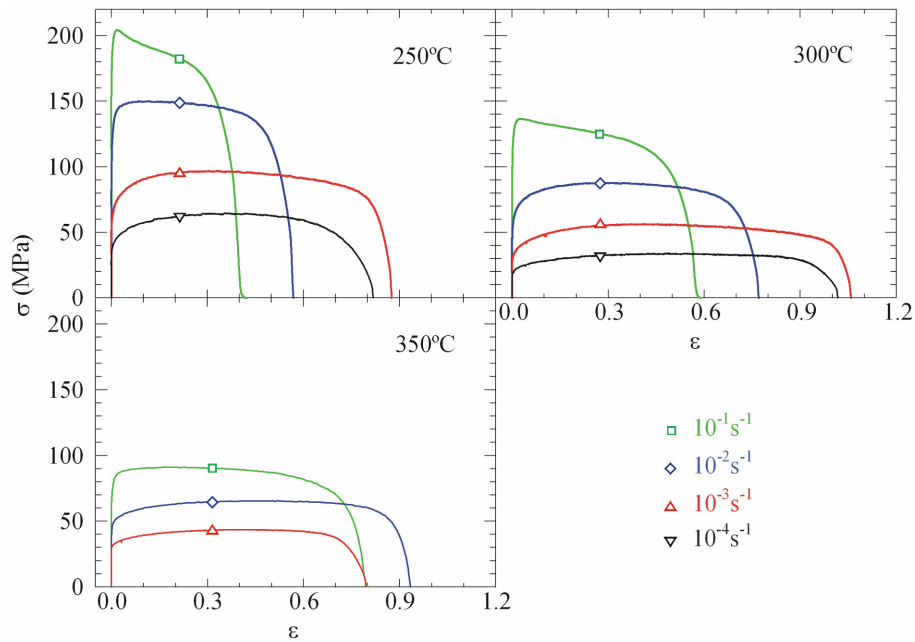
Fig. 4.19. Curvas de tracción a velocidad de deformación constante de probetas 1p T_a 

Fig. 4.20. Curvas de tracción a velocidad de deformación constante de probetas 3p 130°C

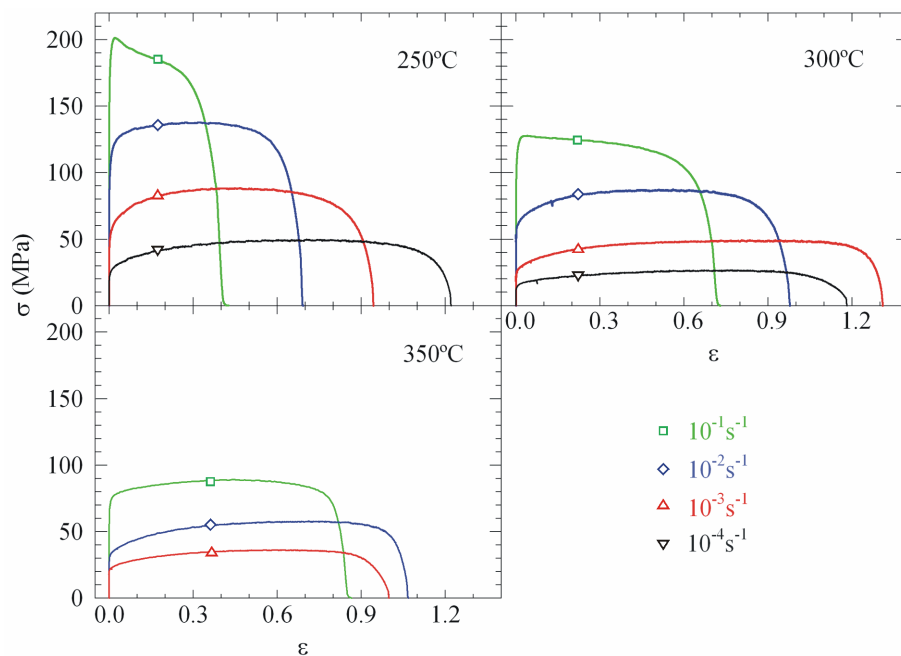


Fig. 4.21. Curvas de tracción a velocidad de deformación constante de probetas 5p 130°C

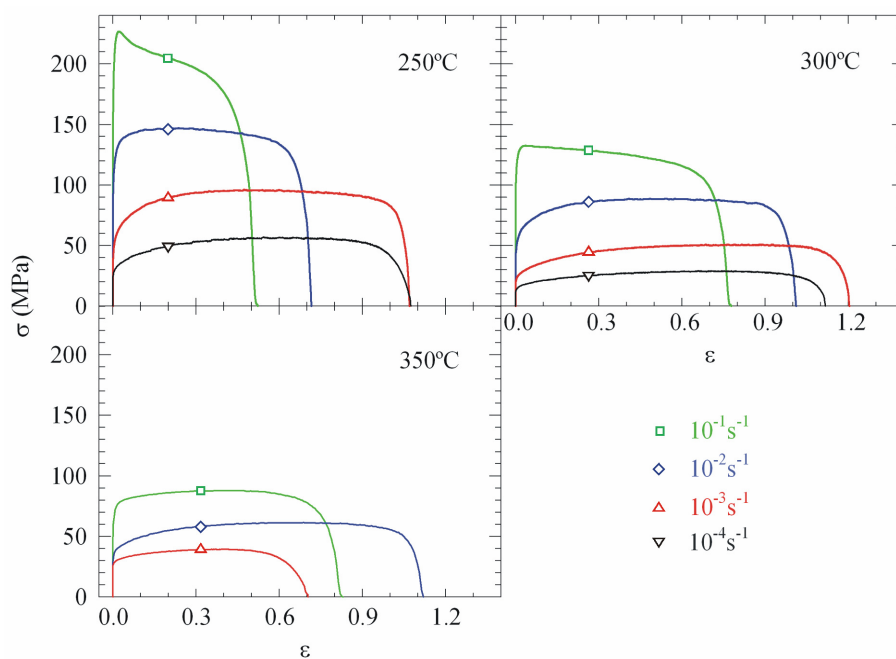


Fig. 4.22. Curvas de tracción a velocidad de deformación constante de probetas 3p 80°C

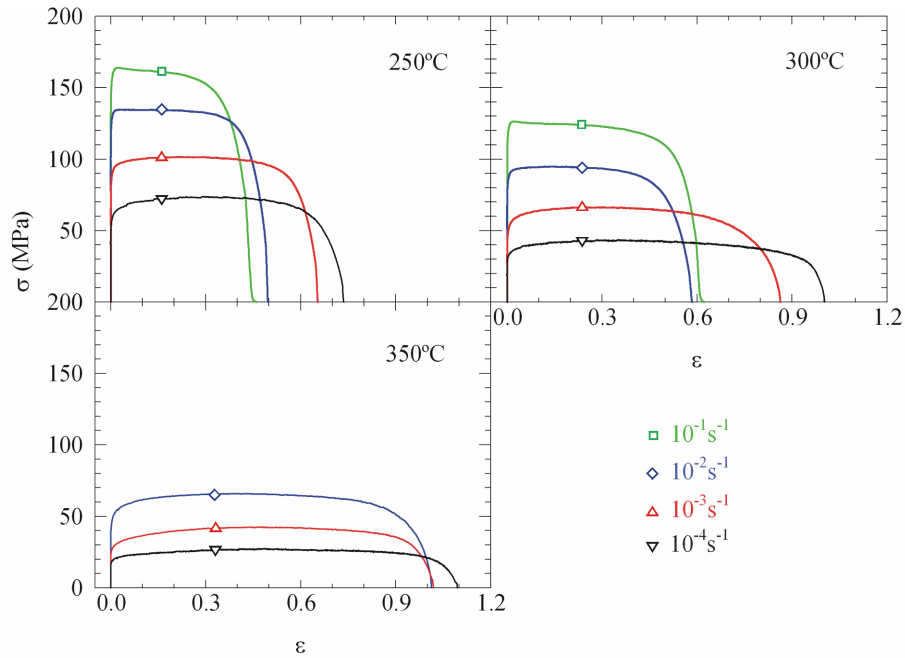


Fig. 4.23. Curvas de tracción a velocidad de deformación constante de probetas 3p 180°C

Tabla 4.6. Resultados de los ensayos de tracción a $\dot{\epsilon}$ constante de probetas del material de partida.

T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	ϵ_F	e_F (%)
250	10 ⁻¹	118	153	0,49	63
	10 ⁻²	109	122	0,49	62
	10 ⁻³	96	109	0,49	64
300	10 ⁻¹	110	124	0,55	73
	10 ⁻²	73	95	0,54	72
	10 ⁻³	74	80	0,61	85
350	10 ⁻¹	82	106	0,63	88
	10 ⁻²	58	75	0,68	97
	10 ⁻³	48	60	0,65	91
400	10 ⁻¹	77	83	0,80	122
	10 ⁻²	39	59	0,93	152
	10 ⁻³	30	43	0,84	131

Tabla 4.7. Resultados de los ensayos de tracción a $\dot{\epsilon}$ constante de probetas del material procesado en condición 8p 130°C.

T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s⁻¹)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	ϵ_F	e_F (%)
250	10 ⁻¹	140	179	0,69	100
	10 ⁻²	98	131	0,85	134
	10 ⁻³	37	75	1,16	217
	10 ⁻⁴	20	40	1,22	237
300	10 ⁻¹	65	101	0,80	122
	10 ⁻²	29	68	1,13	210
	10 ⁻³	18	41	1,44	322
	10 ⁻⁴	13	26	1,23	242
350	10 ⁻¹	73	83	0,68	98
	10 ⁻²	56	58	0,79	121
	10 ⁻³	19	30	0,72	105

Tabla 4.8. Resultados de los ensayos de tracción a $\dot{\epsilon}$ constante de probetas del material sometido a 1 pasada.

T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s⁻¹)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	ϵ_F	e_F (%)
250	10 ⁻¹	171	182	0,33	38
	10 ⁻²	103	144	0,40	50
	10 ⁻³	79	105	0,51	66
	10 ⁻⁴	49	79	0,55	74
300	10 ⁻¹	124	136	0,51	67
	10 ⁻²	80	100	0,54	71
	10 ⁻³	39	70	0,69	100
	10 ⁻⁴	25	49	0,74	109
350	10 ⁻¹	76	95	0,64	90
	10 ⁻²	38	71	0,76	115
	10 ⁻³	21	50	0,89	143

Tabla 4.9. Resultados de los ensayos de tracción a $\dot{\epsilon}$ constante de probetas del material procesado en condición 3p 130°C.

T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s⁻¹)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	ϵ_F	e_F (%)
250	10 ⁻¹	182	204	0,42	53
	10 ⁻²	116	150	0,57	77
	10 ⁻³	60	93	0,88	140
	10 ⁻⁴	37	65	0,82	127
300	10 ⁻¹	117	137	0,59	80
	10 ⁻²	55	88	0,77	116
	10 ⁻³	30	56	1,06	188
	10 ⁻⁴	23	34	1,02	177
350	10 ⁻¹	73	91	0,80	123
	10 ⁻²	47	66	0,93	154
	10 ⁻³	31	44	0,79	121

Tabla 4.10. Resultados de los ensayos de tracción a $\dot{\epsilon}$ constante de probetas del material procesado en condición 5p 130°C.

T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s⁻¹)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	ϵ_F	e_F (%)
250	10 ⁻¹	170	201	0,43	53
	10 ⁻²	97	138	0,69	100
	10 ⁻³	49	88	0,94	157
	10 ⁻⁴	22	50	1,22	239
300	10 ⁻¹	105	128	0,73	107
	10 ⁻²	58	87	0,98	166
	10 ⁻³	25	49	1,31	271
	10 ⁻⁴	13	27	1,18	226
350	10 ⁻¹	68	89	0,87	138
	10 ⁻²	31	58	1,07	191
	10 ⁻³	22	36	1,00	171

Tabla 4.11. Resultados de los ensayos de tracción a $\dot{\epsilon}$ constante de probetas del material procesado en condición 3p 80°C.

T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s⁻¹)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	ϵ_F	e_F (%)
250	10 ⁻¹	183	227	0,52	69
	10 ⁻²	105	147	0,72	105
	10 ⁻³	46	96	1,07	192
	10 ⁻⁴	27	57	1,07	192
300	10 ⁻¹	111	132	0,78	118
	10 ⁻²	46	89	1,01	175
	10 ⁻³	22	51	1,20	232
	10 ⁻⁴	13	29	1,12	206
350	10 ⁻¹	61	88	0,83	129
	10 ⁻²	34	62	1,12	206
	10 ⁻³	28	39	0,70	101

Tabla 4.12. Resultados de los ensayos de tracción a $\dot{\epsilon}$ constante de probetas del material procesado en condición 3p 180°C.

T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s⁻¹)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	ϵ_F	e_F (%)
250	10 ⁻¹	150	164	0,46	59
	10 ⁻²	124	135	0,50	65
	10 ⁻³	85	102	0,65	92
	10 ⁻⁴	54	74	0,74	109
300	10 ⁻¹	115	126	0,62	86
	10 ⁻²	85	95	0,59	80
	10 ⁻³	47	66	0,86	137
	10 ⁻⁴	30	44	1,00	173
350	10 ⁻¹	43	66	1,01	175
	10 ⁻²	25	43	1,02	177
	10 ⁻³	18	28	1,10	199

4.2.4.3 Microestructura de las probetas ensayadas

En la Fig. 4.24 se muestra la microestructura de probetas 8p 130°C en la zona deformada después de ensayos con cambios en la velocidad de deformación a 300, 350 y 400°C. Las imágenes son mapas de orientaciones obtenidos por EBSD. El código de colores viene dado en la figura inversa de polos según la orientación del eje Z respecto a los ejes cristalográficos. Después de los ensayos a 300 y 350°C (Fig. 4.24a y b) los granos se mantienen finos, especialmente a 300°C, y aunque están ligeramente alargados en la dirección de tracción, se

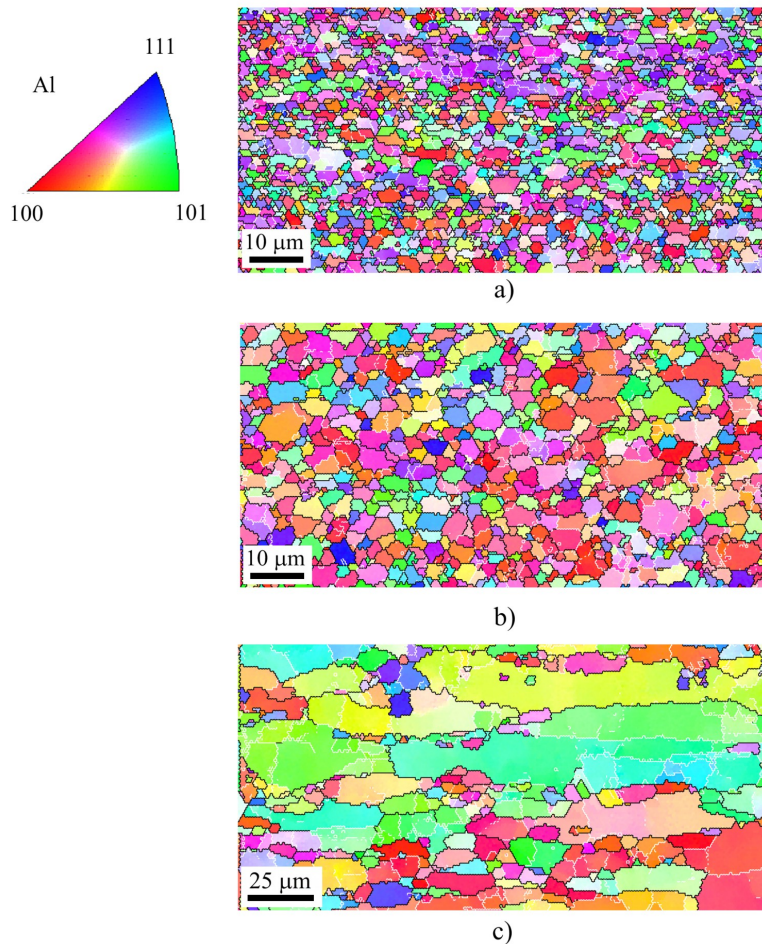


Fig. 4.24. Mapas de orientaciones obtenidos mediante EBSD de muestras 8p 130°C ensayadas a 300, 350 y 400°C con cambios en la velocidad de deformación.

mantienen prácticamente equiaxiales. El tamaño de grano, medido como el diámetro equivalente proporcionado por el software del equipo EBSD es de $2\ \mu\text{m}$ en la probeta ensayada a 300°C y $3,8\ \mu\text{m}$ en la probeta ensayada a 350°C . Por el contrario, en la muestra ensayada a 400°C (Fig. 4.24c), los granos han crecido incluso por encima de $25\ \mu\text{m}$ y se muestran muy alargados en la dirección de tracción. Es oportuno destacar que las muestras ensayadas a 300 y 350°C se alargaron $\sim 200\%$, mientras que la ensayada a 400°C se alargó menos, $\sim 150\%$.

En la Fig. 4.25 se muestran imágenes tomadas por MET de la muestra 8p 130°C ensayada a 300°C y a $10^{-2}\ \text{s}^{-1}$. La probeta permaneció a 300°C durante 20 min previamente al ensayo y 2 min de ensayo, y mostró un alargamiento de $\sim 210\%$. Una de las imágenes muestra la microestructura en mordaza de la probeta (Fig. 4.25a). Los (sub)granos han crecido y presentan morfología equiaxial con un tamaño de $0,6\ \mu\text{m}$. La otra imagen muestra la microestructura en la zona deformada (Fig. 4.25b). Los (sub)granos han crecido más que en mordaza hasta un tamaño de grano de $0,9\ \mu\text{m}$. Están ligeramente alargados en la dirección de tracción aunque no reflejan el alargamiento total de la probeta de tracción.

En la Fig. 4.26 se muestra una imagen obtenida por MEB de la superficie, previamente pulida, de la zona deformada de una probeta de tracción 8p 130°C ensayada a 300°C y $10^{-3}\ \text{s}^{-1}$. La probeta mostró un alargamiento a rotura de $\sim 320\%$. La superficie ha adquirido cierto relieve debido a que granos y agregados

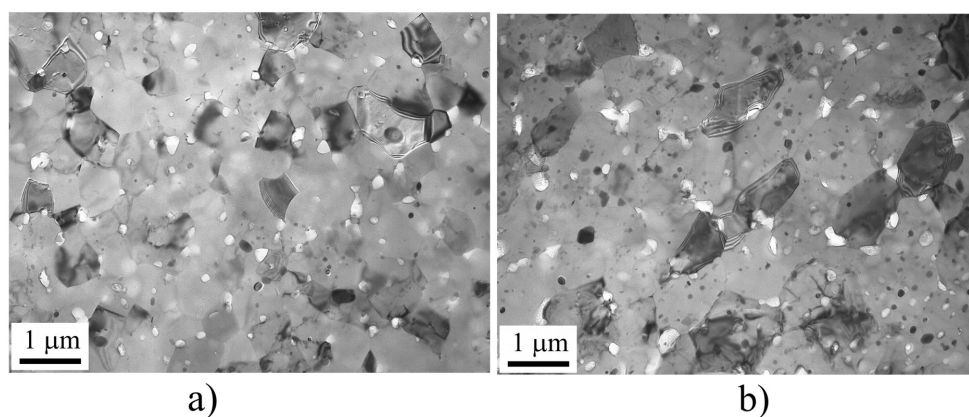


Fig. 4.25. Imágenes obtenidas mediante MET de una muestra 8p 130°C ensayada a 300°C a una velocidad de deformación constante de $10^{-2}\ \text{s}^{-1}$. a) Microestructura en mordaza; b) Microestructura en la zona ensayada.

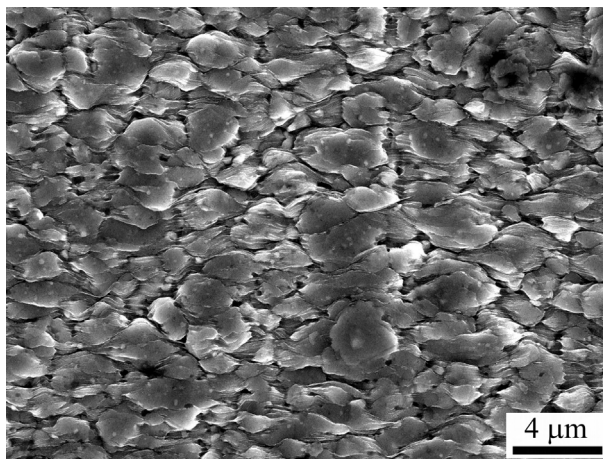


Fig. 4.26. Imagen obtenida por MEB de la superficie, pulida previamente al ensayo, de la zona deformada de una probeta de tracción 8p 130°C ensayada a 300°C y 10^{-3} s^{-1} .

de granos de $\sim 3 \text{ μm}$ han emergido a la superficie. Estos granos y agregados, aunque se muestran ligeramente alargados en la dirección de tracción, tampoco reflejan el alargamiento de la probeta de tracción.

4.2.5 Ensayos SPT

Los ensayos SPT se realizaron para comparar las propiedades mecánicas a temperaturas intermedias-altas de las muestras de ECAP con las de muestras procesadas mediante HPT. Se ensayaron muestras 7075 O, 3p 130°C, 8p 130°C y 3p 180°C a 250, 300, 350 y 400°C a dos velocidades de travesaño constantes $v_1=0,04 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ y $v_2=0,004 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$. En el apartado de discusión se compararán los resultados obtenidos mediante tracción y SPT para comprobar hasta qué punto la técnica SPT es adecuada para el propósito de esta investigación. Como se podrá comprobar, SPT es sensible a la variación de los parámetros de fluencia y se justificará su aplicación a alta temperatura. Además se ensayaron muestras 3p 80°C y HPT a 250 y 300°C a las mismas velocidades v_1 y v_2 . Las curvas F-d se muestran en las Figs. 4.27-30, cada una de ellas correspondiente a una temperatura de ensayo desde 250 a 400°C.

En primer lugar, se debe mencionar que los valores indicativos de la resistencia, F_e , son los correspondientes a un valor $d_e = 1,4 \text{ mm}$ en cada curva F-d.

Se ha elegido este valor por ser el desplazamiento más alto dentro de la zona 3 de estrechamiento de membrana (ver apartado 3.4.3) en las curvas F-d de las probetas ensayadas. Para facilitar la descripción de las Figs. 4.27-30, se ha añadido en todas ellas una línea vertical en la posición $d=1,4$ mm.

Atendiendo a la evolución de F_e y d_f se observa que, a las temperaturas de ensayo de 300 y 350°C, los valores de F_e de las probetas procesadas son menores, y los de d_f mayores, que los de las probetas 7075 O. Además, se observa la misma tendencia que ya mostraron los ensayos de tracción, y es que, a medida que N aumenta y cuanto menor es T_p , F_e disminuye y d_f es mayor. De las probetas de ECAP, la que muestra mayor valor de d_f es, al igual que en los ensayos de tracción, una probeta 8p 130°C, con un valor de $d_f = 2,69$ mm a $v_2=0,004$ mm·s⁻¹. Así, la mayor variación entre condiciones de procesado se observa a 300°C y $v=0,004$ mm·s⁻¹, como también se observó en los ensayos de tracción realizados a la misma temperatura. Por el contrario, a 400°C las curvas F-d de los diferentes estados de partida y procesados se muestran muy cercanas. Como se observó en la Fig. 4.14 de ensayos de tracción con cambios en la velocidad de deformación, el comportamiento de todas las probetas es prácticamente el mismo a 400°C. Este hecho indica que durante los 20 min de permanencia a 400°C previos al ensayo, ha ocurrido un cambio en la microestructura de las muestras procesadas.

Las probetas HPT, que se ensayaron a 250 y 300°C, muestran valores de F_e menores y de d_f mayores que las probetas de ECAP. Así, el valor máximo de desplazamiento es $d_f = 3,31$ mm y corresponde a una muestra HPT ensayada a 300°C y $v_2=0,004$ mm·s⁻¹. Además, cabe destacar que a 250°C y $v_2=0,004$ mm·s⁻¹, d_f tiene un valor de 3,12 mm, el cual es mayor que el de la probeta de ECAP 8p 130°C pese a haber sido ensayada a menor temperatura.

En las Tablas 4.13-16 se resumen las propiedades mecánicas de las muestras en términos de F_e , d_f y los valores de n_{ap} correspondientes, calculados mediante la ecn (3.8). En las probetas de ECAP se observa un descenso de n_{ap} con respecto a las probetas 7075 O a medida que aumenta N y disminuye T_p , siendo el valor mínimo calculado $n_{ap} = 3,8$ en la muestra 8p 130°C. Como se mostrará más adelante, los valores de n_{ap} calculados a partir de los ensayos SPT y de los ensayos de tracción con cambios en la velocidad de deformación son muy similares, aunque ligeramente mayores, y muestran la misma evolución en cada estado de procesado y con la temperatura de ensayo. Los valores más bajos de n_{ap} obtenidos mediante SPT corresponden a las probetas HPT, que muestran $n_{ap} = 2,5$ tanto a 250 como a 300°C. Al igual que lo observado en los ensayos de tracción cuanto

más severa es la deformación, menor es F_e , mayor es d_f , y n_{ap} se aproxima más a 2.

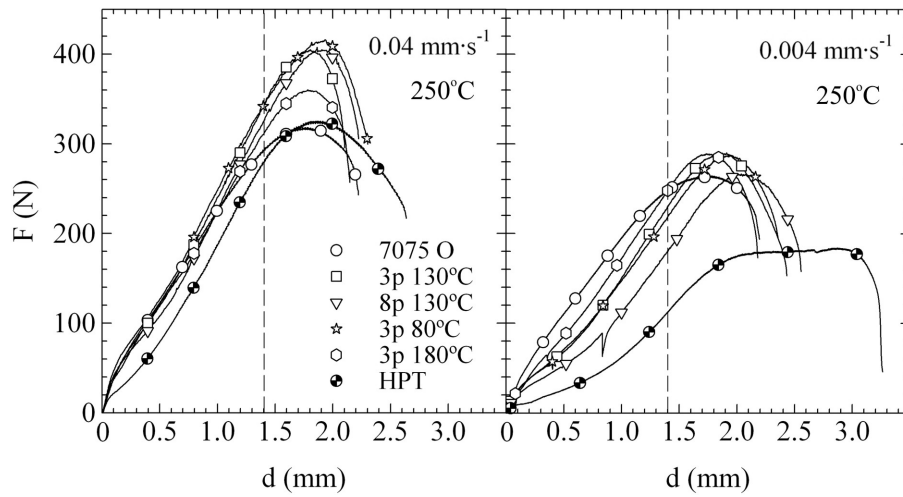


Fig. 4.27. Curvas F-d de los ensayos SPT realizados a 250°C.

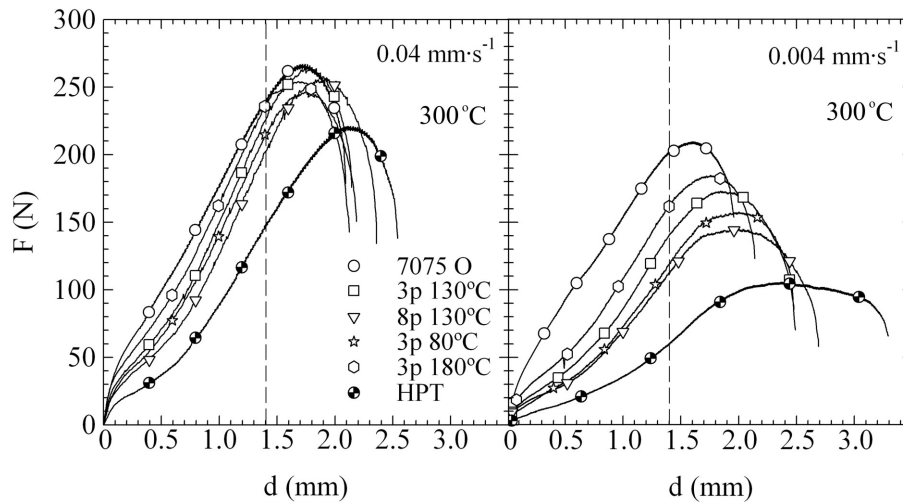


Fig. 4.28. Curvas F-d de los ensayos SPT realizados a 300°C.

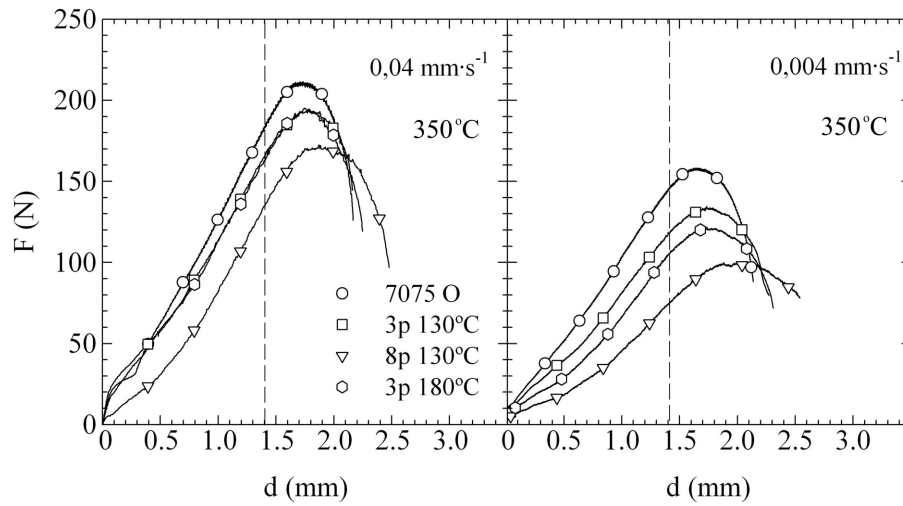
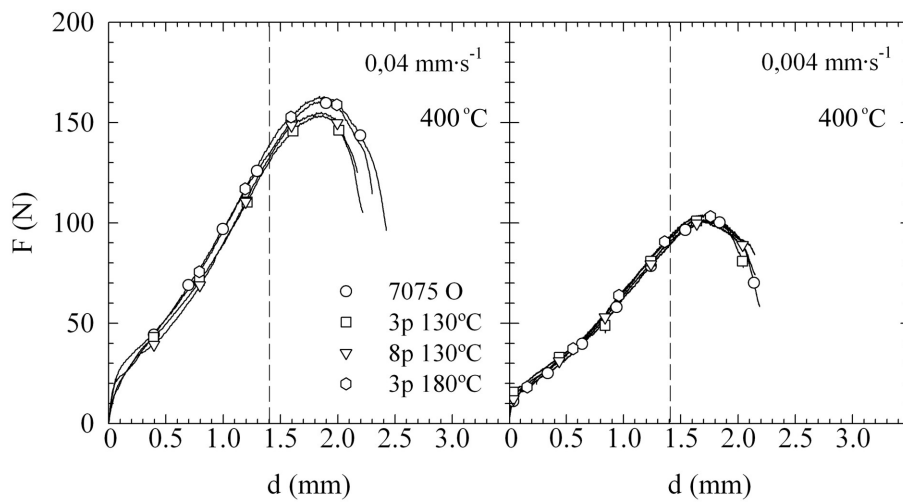
Fig. 4.29. Curvas F-d de los ensayos SPT realizados a 350°C .Fig. 4.30. Curvas F-d de los ensayos SPT realizados a 400°C .

Tabla 4.13. Resultados de ensayos SPT a 250°C del material de partida y del procesado mediante ECAP y HPT.

Estado	v (mm·s ⁻¹)	F _e (N)	d _f (mm)	n _{ap}
7075 O	0,04	293	1,97	15,3
	0,004	252	1,92	
3p 130°C	0,04	343	2,07	5,8
	0,004	230	2,37	
8p 130°C	0,04	325	2,21	3,9
	0,004	180	2,49	
3p 80°C	0,04	343	2,19	5,1
	0,004	219	2,37	
3p 180°C	0,04	311	2,05	10,4
	0,004	249	2,12	
HPT	0,04	279	2,51	2,6
	0,004	113	3,12	

Tabla 4.14. Resultados de ensayos SPT a 300°C del material de partida y del procesado mediante ECAP y HPT.

Estado	v (mm·s ⁻¹)	F _e (N)	d _f (mm)	n _{ap}
7075 O	0,04	237	1,92	13,4
	0,004	201	1,97	
3p 130°C	0,04	225	2,12	4,9
	0,004	140	2,49	
8p 130°C	0,04	202	2,32	3,9
	0,004	112	2,69	
3p 80°C	0,04	217	2,22	3,9
	0,004	121	2,51	
3p 180°C	0,04	236	2,04	6,1
	0,004	162	2,14	
HPT	0,04	148	2,53	2,6
	0,004	60	3,31	

Tabla 4.15. Resultados de ensayos SPT a 350°C del material de partida y del procesado mediante ECAP.

Estado	v (mm·s ⁻¹)	F _e (N)	d _f (mm)	n _{ap}
7075 O	0,04	183,9	2,17	9,5
	0,004	144,3	2,14	
3p 130°C	0,04	165,7	2,16	6,6
	0,004	117,1	2,48	
8p 130°C	0,04	134,8	2,48	3,8
	0,004	73,9	2,54	
3p 180°C	0,04	162,4	2,24	5,2
	0,004	104,4	2,31	

Tabla 4.16. Resultados de ensayos SPT a 400°C del material de partida y del procesado mediante ECAP.

Estado	v (mm·s ⁻¹)	F _e (N)	d _f (mm)	n _{ap}
7075 O	0,04	134,7	2,42	5,5
	0,004	88,7	2,19	
3p 130°C	0,04	130,3	2,22	6,7
	0,004	92,2	2,05	
8p 130°C	0,04	132,1	2,17	6,0
	0,004	90,2	2,15	
3p 180°C	0,04	138,7	2,3	6,5
	0,004	92,9	2,2	

4.3 Discusión

Este capítulo está dedicado al estudio de los efectos del procesado por ECAP en diferentes condiciones sobre la microestructura y propiedades mecánicas de la aleación Al 7075. Por un lado se analizó el efecto de la deformación acumulada, para lo cual se fijó la temperatura de procesado y se realizaron pasadas hasta un máximo de ocho. Por otro lado se ha estudiado el efecto de la temperatura de procesado, para lo cual se sometieron muestras a un mismo número de pasadas (tres) variando T_p . Como se va a comentar con detenimiento en este apartado, las microestructuras finales dependen tanto de la deformación acumulada como de la severidad de ésta. Dado que, como se aclaró en el ap. 2.1.1.1, la severidad del procesado se caracteriza apropiadamente por la tensión a la que tuvo lugar la deformación plástica, en la presente investigación, el parámetro utilizado para cuantificar la severidad de una pasada de ECAP es la fuerza máxima (F_{\max}) registrada en las curvas de procesado. Aunque F_{\max} está afectada por las fuerzas de fricción en el interior del canal, describe adecuadamente la severidad de cada pasada.

4.3.1 Desarrollo microestructural durante la deformación por ECAP

Como consecuencia de la deformación severa se produce un afino de grano en la microestructura. Los granos alargados presentes en la chapa laminada de partida (Fig. 4.3) de anchura $\sim 15 \mu\text{m}$, se han subdividido en (sub)granos de tamaño submicrométrico a todas las temperaturas de procesado, siendo el ancho mínimo de (sub)grano $L_Y = 163 \text{ nm}$ en la muestra 8p 130°C y $L_Y = 153 \text{ nm}$ en la muestra 3p 80°C (Tablas 4.2 y 3). El tamaño final de (sub)grano de las diferentes muestras estudiadas es menor que en Al puro sometido a las mismas deformaciones a T_a , que es $\sim 1,1 \mu\text{m}$ después de 8 pasadas por ruta B_C en una matriz de ECAP de 90° , es decir, a una deformación equivalente $\varepsilon \approx 8$ [22]. Aunque se han procesado las muestras bajo diferentes condiciones que han dado lugar a diferentes tamaños de (sub)grano, en general, el mayor afino de la microestructura de la aleación Al 7075 O respecto al Al puro se debe a la presencia de partículas de segunda fase. Una dispersión de partículas de segunda fase, principalmente de $\text{Mg}(\text{Zn}_2\text{AlCu})$ y $\text{Al}_{18}\text{Mg}_3\text{Cr}_2$ de tamaños entre 200-300 nm, afecta a la generación y reorganización de las dislocaciones durante la deformación plástica severa. Para acomodar la deformación impuesta durante el procesado en las regiones de la matriz de Al que rodea las partículas, se generan

dislocaciones “geométricamente necesarias” adicionalmente a las “almacenadas estadísticamente” en la matriz sin partículas de segunda fase [126]. Por lo tanto, la microestructura almacena mayor cantidad de dislocaciones que el metal puro en ausencia de partículas. El proceso de afino de (sub)grano ocurrido durante SPD se ha explicado anteriormente en el ap. 2.1.1.1. Las dislocaciones tienden a organizarse en celdas de dislocaciones para minimizar la energía elástica almacenada. El tamaño de las celdas de dislocaciones formadas en la 7075 O al principio de la deformación y, como consecuencia, el tamaño de (sub)grano a deformaciones mayores, dependen de la distancia entre las partículas, λ .

En metales reforzados con partículas de tamaño >100 nm en los que λ es mayor que el tamaño de (sub)grano producido en el metal puro, la presencia de éstas no influye en el tamaño de (sub)grano formado durante el procesado. Por el contrario, si λ es menor que dicho tamaño de (sub)grano de metal puro, a deformaciones bajas las dislocaciones quedan atrapadas en las partículas y se van acumulando hasta formar una red interconectada de paredes de dislocaciones de tamaño equivalente a la distancia entre partículas. A deformaciones mayores, las celdas de dislocaciones evolucionan a (sub)granos mediante la acumulación de más dislocaciones.

Las muestras de 7075 O se han procesado bajo diferentes condiciones de deformación acumulada y temperatura de procesado. Parámetros microestructurales como el tamaño de grano y la desorientación de las fronteras están condicionados en todos los casos por la presencia de las partículas de segunda fase en la microestructura. Pero además, también tienen efecto las variables de procesado como la deformación y la temperatura de procesado. El control de ambos parámetros microestructurales es de vital importancia debido a su influencia en las propiedades mecánicas tanto a baja como a alta temperatura. En los siguientes dos apartados se analiza el efecto del número de pasadas, N , y de la temperatura de procesado, T_p , en el desarrollo microestructural.

4.3.1.1 Efecto del número de pasadas (N)

El efecto del número de pasadas se analiza en muestras procesadas a una temperatura fija de 130°C . Al aumentar N se observan los siguientes efectos:

- L_Y disminuye sin que se alcance claramente un valor mínimo, al menos hasta 8 pasadas (Tabla 4.2). La disminución del tamaño de grano a medida que se realizan pasadas implica un aumento de la severidad de las pasadas como se induce del aumento de F_{\max} (Fig. 4.2). En la Fig. 4.31 se ha representado F_{\max} de las pasadas 3, 5 y 8 a 130°C frente a L_Y . En dicha representación se aprecia la relación inversa entre la severidad de las pasadas con disminución del tamaño de grano. Tras 8 pasadas, no se ha alcanzado un valor claro de saturación de L_Y y F_{\max} .
- La morfología de los (sub)granos mostrados en la Fig. 4.6, es alargada, incluso después de $N=8$ pasadas. En el caso de Al puro sometido al mismo procesado a T_a por ruta B_C , la morfología de los (sub)granos pasa de alargada en la dirección de máxima elongación a equiaxial tras 4-5 pasadas. En metales reforzados como en el caso de 7075 O, la evolución de la subestructura de celdas de dislocación-subgranos-granos con la deformación tiene lugar más lentamente que en el metal puro sin el refuerzo. Es por ello que la transición de estructuras alargadas en la 7075 O a equiaxiales no ha tenido lugar incluso a deformaciones ~ 8 .
- La fracción de fronteras de grano de ángulo alto aumenta con N . De acuerdo a las medidas realizadas mediante ACOM-TEM, la fracción de HABs pasa

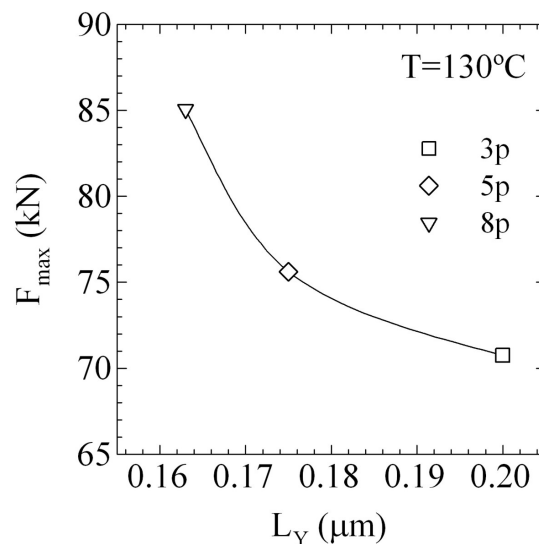


Fig. 4.31. F_{\max} frente a L_Y en muestras procesadas a 130°C

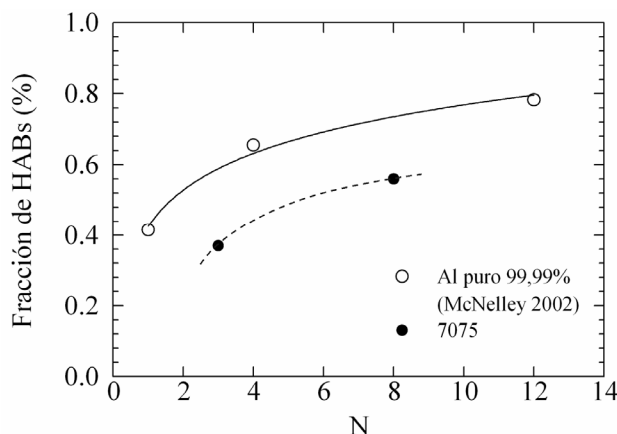


Fig. 4.32. Datos de fracción de HABs de las muestras 3p y 8p 130°C obtenidos mediante la técnica ACOM-TEM superpuestos a la fracción de HABs obtenida en muestras de Al puro procesadas por ECAP a T_a [13]

de ~37% después de 3 pasadas, a ~56% después de 8p. Como se observa en la Fig. 4.32, si se compraran estos valores con los medidos en Al puro sujeto al mismo procesado (~70%) [13] se observa que la desorientación aumenta más lentamente en el caso de las muestras 7075 O. Esta observación está en línea con lo generalmente observado en metales reforzados con partículas [20] y, en particular, con lo observado en otras aleaciones de Al procesadas por ECAP [127].

4.3.1.2 Efecto de la temperatura de procesado (T_p)

Cuanto menor es T_p menor es el tamaño de grano de las muestras procesadas (Tabla 4.3). Las temperaturas de procesado elegidas 80, 130 y 180°C son, respectivamente, 0,38, 0,43 y 0,48 T_F , las cuales se consideran intermedias, estando por encima del límite normalmente aceptado de la deformación en frío, que es 0,3 T_F .

En la Fig. 4.33 se ha representado F_{max} frente a L_Y de las muestras 3p 80, 130 y 180°C. En dicha representación se vuelve a observar la relación inversa entre la severidad de procesado y el tamaño de (sub)grano. Este hecho se debe a que cuanto más alta es T_p más se favorecen los procesos de restauración dinámica,

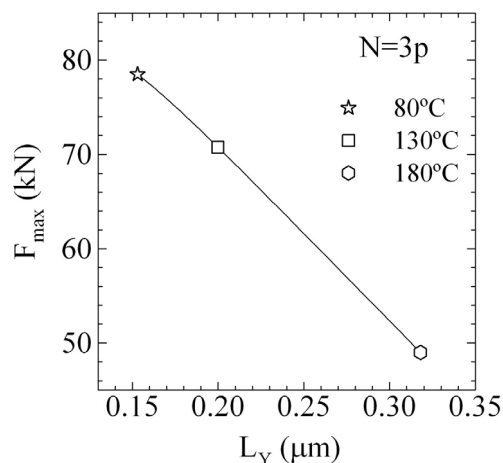


Fig. 4.33. F_{max} frente a L_Y en muestras sometidas a $N=3p$ a $T_p=80, 130$ y 180°C

y, en consecuencia, la severidad de las pasadas (F_{max}) disminuye y el tamaño de (sub)grano final es mayor que a temperaturas bajas. En el caso de $T_p = 180^{\circ}\text{C}$ el descenso de F_{max} y aumento de L_Y son abruptos con respecto a las muestras $3p$ 80 y 130°C . Esto se explica debido a que a 180°C se roza $0,5T_f$, y el mecanismo térmicamente activado de trepado de dislocaciones contribuye notablemente a la restauración dinámica de la microestructura.

4.3.2 Propiedades mecánicas a temperatura ambiente

El efecto del número de pasadas y de la temperatura de procesado en la resistencia y ductilidad a T_a de las muestras procesadas, se puede ver en la Fig. 4.34, en la que se ha representado s_{max} frente a e_F de todas las probetas ensayadas a tracción. En dicha figura se observa el comportamiento mecánico de la mayoría de los metales sometidos a SPD, es decir, el incremento de la resistencia y su consecuente descenso de la ductilidad a medida que aumenta N o disminuye T_p . Tanto la resistencia como ductilidad están relacionadas con la microestructura desarrollada durante la acumulación de deformación plástica introducida por el procesado por ECAP.

El incremento de la resistencia mecánica está relacionado con el descenso del tamaño de (sub)grano. En los materiales procesados por SPD, el efecto del tamaño de (sub)grano en la tensión se plasma mediante la ecn. (1.1) donde el

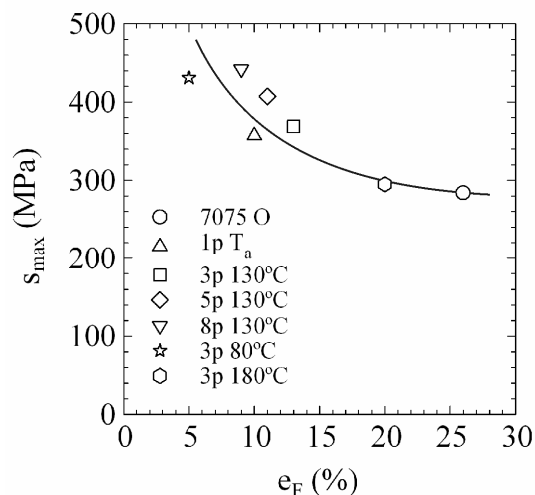


Fig. 4.34. Representación de s_{\max} frente a e_F de las muestras 7075 O de partida y todas las procesadas por ECAP.

exponente del tamaño de (sub)grano, q , toma valores comprendidos entre 0,5 y 1. En materiales de grano fino restaurado separados por fronteras predominantemente de ángulo alto, $q=0,5$ y la ecn. (1.1) toma la forma conocida como ley de Hall-Petch. En el caso de materiales sometidos a deformación en frío, la microestructura consiste en una mezcla de granos y subgranos con una densidad de dislocaciones elevada en su interior, siendo aproximadamente $q = 1$.

Para discernir la dependencia de la tensión con el tamaño de grano, en la Fig. 4.35 se ha representado $s_{0,2}$ frente a L_Y^{-1} (color azul) y frente a $L_Y^{-1/2}$ (color rojo) de las muestras 3, 5 y 8p 130°C, y de 3p 80 y 180°C. Los puntos $s_{0,2} - L_Y^{-1}$ por un lado, y $s_{0,2} - L_Y^{-1/2}$ por otro, se han ajustado a rectas y escrito la ecuación resultante de los ajustes en la gráfica. A primera vista, ambos ajustes parecen igualmente buenos. Sin embargo, el ajuste $s_{0,2} - L_Y^{-1/2}$ (color rojo) da un valor negativo del término de s_0 y una pendiente $k=241 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$, unas 5 veces superior a la pendiente de Hall-Petch en Al puro ($40\text{-}60 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$) [84]. En cambio, el ajuste $s_{0,2} - L_Y^{-1}$ muestra un valor de k y s_0 cercanos a los obtenidos en un Al puro deformado en frío en un ajuste similar de $s_{0,2}$ a L^{-1} . El valor de la constante k normalizada por Gb , donde G es el módulo de cizalla y b el módulo del vector de Burgers, es ~ 7 , valor muy cercano a los habitualmente obtenidos en un gran número de aleaciones [20]. Por otro lado, la dependencia de la tensión con

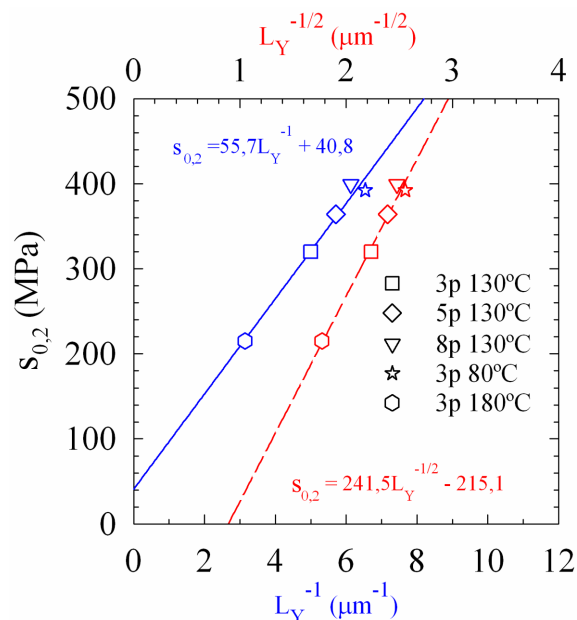


Fig. 4.35. Representación de $s_{0,2}$ frente a L_Y^{-1} (línea continua de color azul) y frente a $L_Y^{-1/2}$ (línea discontinua de color rojo) de las muestras 3, 5 y 8p 130°C y 3p 80 y 180°C.

L_Y^{-1} es más razonable, dada la microestructura de las probetas ensayadas, formada principalmente por subgranos.

La disminución de la ductilidad está en línea con lo observado en la literatura en otros materiales procesados por SPD. Según el criterio de estabilidad de Considere (ecn. (2.1)), la deformación plástica uniforme depende de la capacidad de endurecimiento por deformación del material ensayado. En la Fig. 4.36 se ha representado $(s_{\max} - s_{0,2})$ frente a la deformación uniforme (e_u). En dicha figura se observa que el endurecimiento por deformación de las probetas disminuye a la vez que la deformación uniforme resultante. Por ello, las muestras de ECAP que sufren un alto endurecimiento por deformación tienen una reducida capacidad de deformación uniforme.

Resumiendo, el endurecimiento por deformación producido en el procesado por ECAP produce un incremento de la resistencia relacionada con el afino de grano y una disminución de la ductilidad relacionada con la pérdida de capacidad de deformación uniforme. A medida que se realizan pasadas y/o cuanto menor es

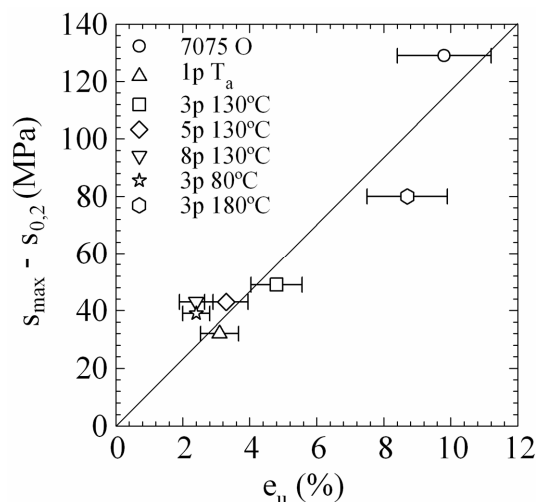


Fig. 4.36. Representación de $s_{max} - s_{0,2}$ frente a e_u de las muestras 3, 5 y 8p 130°C y 3p 80 y 180°C.

T_P , se produce un mayor afino de grano, que conduce a una resistencia mecánica mayor y a una ductilidad menor.

4.3.2.1 Tratamiento de envejecimiento artificial T6

A pesar del intenso afino de la microestructura, el material procesado no mejoró las propiedades mecánicas a T_a que presenta la aleación de Al 7075 en estado envejecido T6 ($s_{0,2} = 505$ MPa $s_{max} = 550$ MPa y $e_F = 11\%$), que se muestra más resistente y dúctil que cualquiera de las muestras procesadas.

Por ello, se realizó el tratamiento T6 completo a una muestra 8p 130°C para comprobar si se podría mejorar la resistencia con respecto al material T6 comercial. El tratamiento consistió en una puesta en solución sólida a 465°C durante 10 min (tiempo mínimo recomendado para el espesor de la muestra tratada [125] y envejecimiento artificial a 135°C durante 14 h. La microestructura resultante, mostrada en la Fig. 4.9, indica que durante el tratamiento T6 hubo crecimiento de grano muy por encima de 1 μm , probablemente debido a recrystalización durante la puesta en solución sólida como consecuencia de la alta fuerza impulsora que presenta la microestructura deformada. La dureza HV del material 8p 130°C T6 es prácticamente la misma de la aleación Al 7075 T6 (HV \approx

185). Por lo tanto, el tratamiento T6 estándar aplicado al material procesado elimina los cambios microestructurales desarrollados durante el procesado. Una opción para tratar de contener el crecimiento de grano durante la puesta en solución podría ser la realización de un recocido previo a temperaturas intermedias que elimine acritud, reduciendo la fuerza impulsora para la recrystalización. Otra opción consistiría en realizar un tratamiento T6 modificado reduciendo tiempo y/o temperatura en función del tamaño de (sub)grano.

4.3.3 Propiedades mecánicas a alta temperatura

4.3.3.1 Mecanismo de deformación del material de partida 7075 O

En la Fig. 4.37 se han representado datos $\dot{\epsilon}$ - σ del Al puro [128] y del material de partida de la presente investigación 7075 O obtenidos mediante ensayos de cambios en la velocidad de deformación. En la gráfica los datos de σ aparecen compensados por el módulo de Young, E , del Al puro, y los de $\dot{\epsilon}$ por el coeficiente de autodifusión en la red del Al, D_R . En la región de la ley potencial de fluencia, $\dot{\epsilon}/D_R < 10^{13} \text{ m}^{-2}$, los datos $\dot{\epsilon}$ - σ del Al puro caen sobre una misma línea que presenta una pendiente igual a 5. Similarmente, aunque a tensiones mayores, los datos $\dot{\epsilon}$ - σ del material de partida 7075 O caen en una línea de pendiente 4,8. En ambos casos el mecanismo de fluencia, introducido en el ap. 2.1.3.1.3, es el de movimiento de dislocaciones controlado por trepado de éstas, con formación de subgranos dependiente de la tensión de fluencia. Los datos $\dot{\epsilon}$ - σ de la aleación Al 7075 O están desplazados hacia valores mayores de tensión debido al efecto endurecedor de las partículas $\text{Mg}(\text{Zn}_2, \text{AlCu})$ y $\text{Al}_{18}\text{Mg}_3\text{Cr}_2$. Por encima de $\dot{\epsilon}/D_R \sim 10^{13} \text{ m}^{-2}$ finaliza la ley potencial, y se entra en la llamada región de “*power law breakdown (PLB)*” [49]. En los intervalos de temperatura y velocidades de deformación ($200\text{-}400^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{-}10^{-5} \text{ s}^{-1}$) de los ensayos de la aleación Al 7075 O, los datos de $\dot{\epsilon}$ - σ caen en la región de transición entre la ley potencial y PLB.

4.3.3.2 Límites del intervalo T_{\min} - T_{\max} de las muestras de ECAP

Uno de los objetivos relativos a la aleación Al 7075 planteado en la introducción es obtener un intervalo de temperaturas T_{\min} - T_{\max} en el que las probetas procesadas muestren alargamientos más altos motivados, en principio, por la aparición de un comportamiento superplástico. Una vez estimado dicho

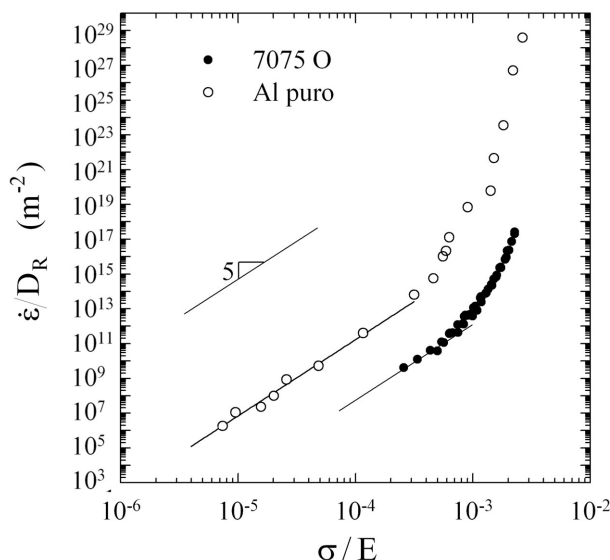


Fig. 4.37. Datos σ/E - $\dot{\epsilon}/D_R$ experimentales del Al puro [128] y de la aleación de partida 7075 O ensayada en el presente trabajo.

intervalo T_{min} - T_{max} , se procederá con el segundo objetivo planteado, que es la identificación del mecanismo responsable del aumento de la elevada ductilidad del material.

Como se vio en el ap. 2.1.3, un cambio de mecanismo de deformación a alta temperatura implica cambios en el comportamiento mecánico del material, en términos de tensión de fluencia, velocidad de deformación y ductilidad. Para delimitar el intervalo T_{min} - T_{max} se optó por comparar el comportamiento mecánico de probetas de 7075 O y 8p 130°C. Dichas muestras se eligieron por ser las dos condiciones extremas de la investigación, que son el material de partida y la muestra que más deformación recibió y que mayor alargamiento a rotura muestra en los ensayos a $\dot{\epsilon}$ constante ($e_F=320\%$ a 300°C y $\dot{\epsilon}=10^{-3}s^{-1}$).

En primer lugar se compara la respuesta de la tensión durante los ensayos de cambios de $\dot{\epsilon}$ realizados entre $T=200$ -400°C de las muestras 7075 O y 8p 130°C. La evolución de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ de ambas muestras a dichas temperaturas se representaron en la Fig. 4.14. Entre 200-350°C se observa una respuesta mecánica diferente entre las muestras 7075 O y 8p 130°C. Por un lado, la pendiente de las curvas $\dot{\epsilon}$ - σ de bajada de las muestras 8p 130°C (exponente de la tensión

experimental, n_{ap}) es en general inferior a la de las curvas $\dot{\epsilon}$ - σ de las probetas 7075 O. Además, la tensión de fluencia de las probetas 8p 130°C se desplaza hacia valores menores que los de las probetas 7075 O. Estas diferencias con las probetas del material de partida, cuya discusión se amplía más adelante, son indicios de la operación de un mecanismo de deformación diferente en este intervalo de temperaturas. A 400°C, las curvas $\dot{\epsilon}$ - σ de las muestras 7075 O y 8p 130°C prácticamente se superponen, es decir que tanto la tensión de fluencia y la pendiente de las curvas $\dot{\epsilon}$ - σ es son casi iguales en ambas muestras. Esto es signo de que ambas probetas se comportan bajo el mismo mecanismo de deformación que, como se vio en el apartado anterior, corresponde a movimiento de dislocaciones controlado por trepado. La transición a este mecanismo se produce debido al crecimiento de grano ocurrido a alta temperatura, que se muestra en la Fig. 4.24 entre la zona deformada de la probeta ensayada a 350°C (Fig. 4.24b) y de la ensayada a 400°C (Fig. 4.24b). Estos resultados establecen un límite superior T_{max} preliminar en 400°C, ya que a dicha temperatura la probeta 8p 130°C se comporta como el material de partida.

Por otro lado, es posible delimitar el intervalo T_{min} - T_{max} escogiendo como criterio que el alargamiento a rotura en tracción sea superior a 200%, normalmente considerado como el umbral de la deformación superplástica. En la Fig. 4.38 se ha representado e_F de probetas de 7075 O y 8p 130°C, frente a $\dot{\epsilon}$ a las temperaturas de ensayo de 250, 300 y 350°C (Tablas 4.6 y 7). Se han excluido los ensayos a 400°C de acuerdo con lo comentado en el párrafo anterior. A $T = 250$ y 300°C, las muestras 8p 130°C se manifiestan significativamente más dúctiles que las de partida. De hecho, se registraron valores de $e_F > 200\%$ en varias condiciones de $\dot{\epsilon}$ y T , incluso a 250°C. Por el contrario, a 350°C las muestras 8p 130°C registraron ductilidades bastante menores que las probetas ensayadas a 300°C, siendo similares a las mostradas por la aleación de partida 7075 O. A 350°C ($0,65T_f$), se ha perdido el comportamiento dúctil de la aleación.

Efectos similares se observan también en varias probetas ensayadas a $\dot{\epsilon} = cte$ pertenecientes a otros estados de deformación. Si se atiende a los valores de e_F registrados en probetas de las demás muestras procesadas (Tablas 4.8-12), solamente se observan alargamientos superiores a 200% en las probetas 5p 130°C y 3p 80°C a las temperaturas 250 y 300°C. Esta diferencia se atribuye a que 350°C es una temperatura crítica a la que se produce un crecimiento exagerado de grano. Esto provoca una transición del mecanismo de deformación operante en el intervalo T_{min} - T_{max} , que se discute más adelante, a movimiento de dislocaciones

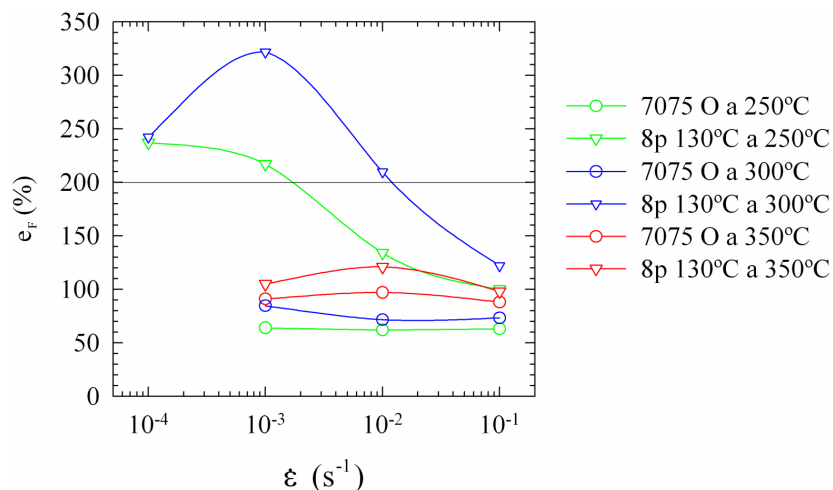


Fig. 4.38. Valores de e_F a 250, 300 y 350°C de las muestras 7075 O y 8p 130°C a varias velocidades de deformación. Datos obtenidos a partir de los ensayos a velocidad de deformación constante.

controlado por trepado, que es el mecanismo de deformación del material de partida 7075 O.

A 350°C, hay una situación especial entre los resultados obtenidos en los ensayos realizados a $\dot{\epsilon}=\text{cte}$ y los obtenidos en los ensayos de cambios en $\dot{\epsilon}$ de la muestra 8p 130°C. Como se aprecia en la Fig. 4.37, los alargamientos registrados en los ensayos a $\dot{\epsilon}=\text{cte}$ no superan 120% a dicha temperatura. En cambio, la probeta de cambios en $\dot{\epsilon}$ se alargó mucho más, alrededor del 200%. Además, los valores bajos de n_{ap} observados en la Fig. 4.14 y la microestructura fina y equiaxial de la zona deformada de la probeta de cambios en $\dot{\epsilon}$ (Fig. 4.24b), no se corresponden con los valores bajos de e_F mostrados por las probetas de los ensayos a $\dot{\epsilon}=\text{cte}$. Estos resultados indican que mientras que las probetas ensayadas a $\dot{\epsilon}=\text{cte}$ sufrieron la transición a un mecanismo de movimiento de dislocaciones debido al crecimiento de grano, la probeta de cambios en $\dot{\epsilon}$ mantuvo una microestructura favorable al mecanismo asociado al intervalo T_{\min} - T_{\max} .

Por otro lado, dado que a 250°C se ha superado un alargamiento a rotura, e_F , del 200% únicamente a velocidades bajas ($\leq 10^{-3}$ y 10^{-4}s^{-1}), el límite inferior del intervalo de temperaturas de interés es $T_{\min}=250^\circ\text{C}$. Según todo lo anterior, a continuación los esfuerzos se centrarán en estudiar más detalladamente el

mecanismo de deformación responsable del incremento de la ductilidad a 250 y 300°C.

4.3.3.3 Fenomenología dentro del intervalo T_{\min} - T_{\max}

Con los datos de los ensayos de cambios en $\dot{\epsilon}$ y los ensayos a $\dot{\epsilon}$ constante se va a comentar la evolución de la tensión de fluencia, los parámetros n_{ap} y Q_{ap} , y la ductilidad con N y T_p . Conocer esta evolución ayudará a determinar el mecanismo responsable de la deformación a 250 y 300°C en las muestras procesadas.

4.3.3.3.1 Disminución de la tensión de fluencia

Por un lado, como se desprende de los resultados de los ensayos con cambios en $\dot{\epsilon}$ mostrados en la Fig. 4.15, al aumentar N se produce un descenso en la tensión de fluencia, σ , a ambas temperaturas de ensayo 250 y 300°C para un mismo valor de $\dot{\epsilon}$. Por otro lado, como se observa en la Fig. 4.16 cuanto menor es T_p , menores son las tensiones de fluencia en comparación con el material de partida a las mismas $\dot{\epsilon}$ impuestas. Esto indica la operación de otro mecanismo de deformación. El cambio de la tensión con un cambio de $\dot{\epsilon}$, es decir, su derivada a $T = \text{cte}$, permite calcular n_{ap} (ecn. (3.4)). Del mismo modo, el cambio de σ al aumentar T , es decir, su derivada con respecto a T , permite calcular por Q_{ap} (ecns. (3.5 y 6)). Ambos parámetros, n_{ap} y Q_{ap} son característicos del mecanismo de fluencia operante, y su evolución con N y T_p se comenta en el siguiente apartado.

4.3.3.3.2 Variación de n_{ap} y Q_{ap} en función de N y T_p

La evolución de n_{ap} en función del número de pasadas, N , y de la temperatura de procesado, T_p , a 250 y 300°C se ha representado en la Fig. 4.39. Los valores de n_{ap} se calcularon mediante la ecn. (3.4) utilizando los datos $\dot{\epsilon}$ - σ de los ensayos de cambios de $\dot{\epsilon}$ correspondientes a la velocidad de deformación $\dot{\epsilon}=3\cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, a la que se observa el mínimo de n_{ap} entre todas las muestras ensayadas ($n_{ap}=3,1$ en la muestra 8p 130°C ensayada a 300°C). Para estudiar el efecto de N en los valores de n_{ap} , se han representado los valores de n_{ap} de las muestras 7075 O, 1p T_a , 3p, 5p y 8p 130°C frente a N , en la Fig. 4.39a. En dicha figura se aprecia un fuerte descenso de n_{ap} con N tanto a 250 como a 300°C. A 250°C n_{ap} disminuye de 12,3 en la probeta 7075 O a 3,8 en la probeta 8p 130°C.

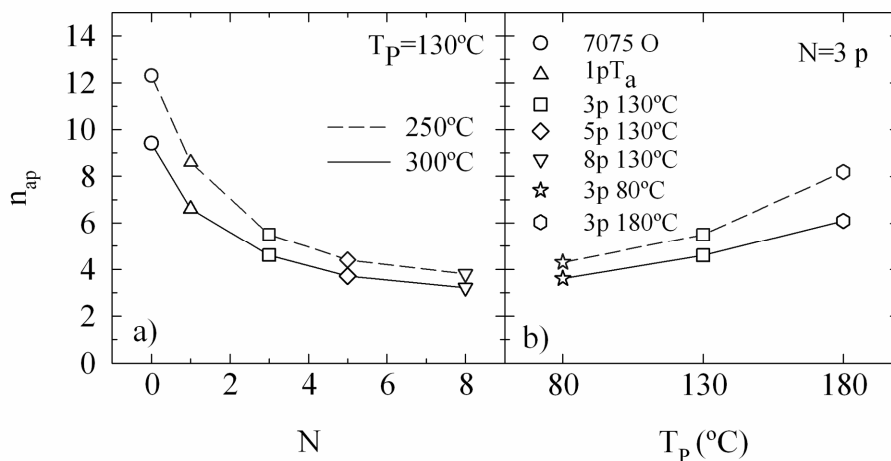


Fig. 4.39. Evolución de n_{ap} a 250 y 300°C y a la velocidad de $\dot{\epsilon}=3\cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ de las muestras procesadas por ECAP en función de a) N; b) T_p

De igual modo, a 300°C n_{ap} disminuye de 9,4 en la probeta 7075 O a 3,2. Para estudiar el efecto de T_p en los valores de n_{ap} , se han representado los valores de n_{ap} de las muestras 3p 80, 130 y 180 °C frente a T_p , en la Fig. 4.39b. En dicha figura se observa que n_{ap} es más bajo cuanto menor sea T_p tanto a 250 como a 300°C. A 250°C n_{ap} de la muestra 3p 180°C es 8,2, mientras que el de la muestra 3p 80°C es 4,3. Del mismo modo, a 300°C, el valor de n_{ap} de la muestra 3p 180°C es 6,1, mientras que el de la muestra 3p 80°C es 3,6. En general, la tendencia de n_{ap} es a disminuir más cuanto más deformación se introduce al material y cuanto menor es la T_p , llegando hasta valores cercanos a 3, que son apreciablemente menores que los valores de n_{ap} mostrados por el material de partida.

La evolución de Q_{ap} en función de N y T_p se ha representado en la Fig. 4.40. El cálculo de Q_{ap} se realizó mediante las ecns. (3.5 y 6) a partir de los datos $\dot{\epsilon}$ - σ obtenidos en los ensayos de cambios de velocidad de deformación. Mediante la ecn. (3.5) se calcula Q_{ap} a partir de los datos de $\dot{\epsilon}$ a 250 y 300°C a un determinado valor de $\sigma/E = 10^{-3}$ por ser un valor en el que las curvas $\dot{\epsilon}$ - σ a 250 y 300°C eran casi paralelas. Los valores de Q_{ap} calculados mediante la ecn. (3.5) se designan en la Fig. 4.40 mediante $Q|_{\sigma}$, y su evolución con N y T_p se representa mediante una línea discontinua. El cálculo de Q_{ap} mediante este método, $Q|_{\sigma}$, implica la obtención de datos de $\dot{\epsilon}$ a diferentes tiempos a partir del comienzo del ensayo realizado a 250°C con respecto al realizado a 300°C. Como consecuencia,

el dato de $\dot{\epsilon}$ correspondiente a 250°C se registró unos 30 minutos después que el correspondiente a 300°C, lo que implica que la microestructura ensayada a 250°C permaneció más tiempo a la temperatura de ensayo que la muestra ensayada a 300°C. Esta diferencia de tiempos de permanencia en este tipo de microestructuras altamente inestables térmicamente puede falsear los datos de Q_{ap} y llevar a confusión. Por ello, además se optó por calcularlos de una manera alternativa utilizando la ecn. (3.6). Mediante dicha ecn. se calcula Q_{ap} a partir de los valores de σ/E a 250 y 300°C a un determinado valor fijo de $\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, escogida por ser la velocidad de deformación a la que se obtiene el valor mínimo de n_{ap} . El valor de n introducido en la ecn. (3.6) es el promedio de los valores de n_{ap} a 250 y 300°C. Los valores de Q_{ap} calculados mediante la ecn. (3.6) se designan en la Fig. 4.40 mediante $Q|_{\dot{\epsilon}}$, y su evolución con N y T_p se representa mediante una línea continua. Este método para calcular Q_{ap} asegura que los datos σ/E utilizados pertenecen a microestructuras que han permanecido el mismo tiempo a la temperatura de ensayo. Además, $\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ es la velocidad correspondiente al cuarto cambio del ensayo, que empieza tras 2-3 minutos después del comienzo del mismo, es decir después de transcurrir un tiempo muy corto, lo que implica que se ensayaron microestructuras finas.

Para estudiar el efecto de N en los valores de Q_{ap} , en la Fig. 4.40a se han representado los valores de $Q|_{\dot{\epsilon}}$ y $Q|_{\sigma}$ de las muestras 7075 O, 1p T_a , 3p, 5p y 8p 130°C frente a N . Ambas estimaciones $Q|_{\dot{\epsilon}}$ y $Q|_{\sigma}$ disminuyen desde $\sim 190 \text{ kJ/mol}$ en la probeta 7075 O hasta $Q|_{\dot{\epsilon}} = 136 \text{ kJ/mol}$ y $Q|_{\sigma} = 128 \text{ kJ/mol}$ en la probeta 8p 130°C. La evolución de ambos $Q|_{\dot{\epsilon}}$ y $Q|_{\sigma}$ con N es prácticamente idéntica y supone un fuerte descenso de Q_{ap} incluso por debajo de $Q_R = 142 \text{ kJ/mol}$. De igual modo, para estudiar el efecto de T_p en los valores de Q_{ap} se han representado los valores de $Q|_{\dot{\epsilon}}$ y $Q|_{\sigma}$ de las muestras 3p 80, 130 y 180 °C frente a T_p en la Fig. 4.40b. En dicha figura se aprecia que los valores de $Q|_{\dot{\epsilon}}$ son más bajos cuanto menor es T_p , siendo el valor de $Q|_{\dot{\epsilon}} = 131 \text{ kJ/mol}$ en la muestra 3p 80°C y 177 kJ/mol en la muestra 3p 180°C. La misma tendencia se observa en los valores de $Q|_{\sigma}$ de las muestras 3p 80 y 130°C, que se muestran prácticamente idénticos a los valores de $Q|_{\dot{\epsilon}}$. En cambio, en el caso de la muestra 3p 180°C el valor de $Q|_{\sigma}$ no se ha incluido debido a que la probeta ensayada a 250°C fue menos dúctil y se formó la estricción antes de completar el ciclo de cambios de $\dot{\epsilon}$. Como resultado, el dato de σ/E utilizado en la ecn. (3.6) es menor que el valor real, hecho que falsea el valor de Q_{ap} haciendo que parezca menor que el verdadero valor de Q_{ap} .

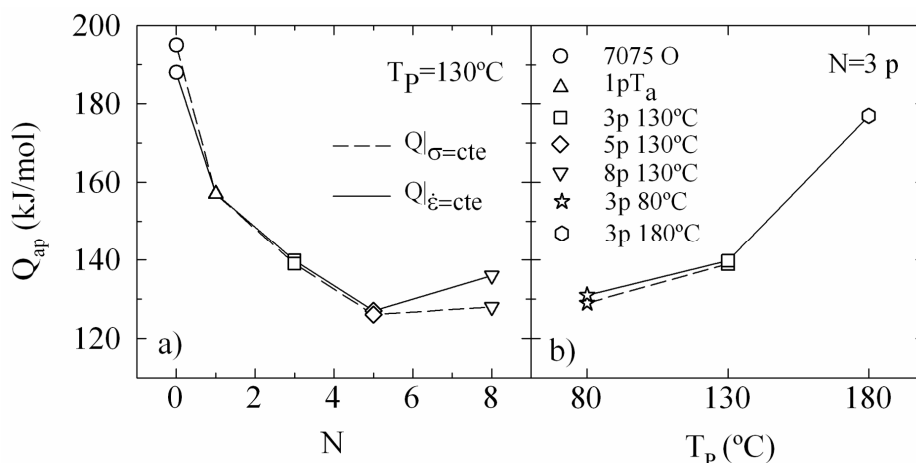


Fig. 4.40. Evolución de Q_{ap} de las muestras procesadas por ECAP frente a: a) N ; y b) T_p . Los valores de Q_{ap} se calcularon entre 250 y 300°C de dos maneras de acuerdo con las ecn. (3.5) y (3.6). La línea continua representa la evolución de $Q|_{\epsilon}$, y la discontinua la evolución de $Q|_{\sigma}$.

En general, la tendencia de Q_{ap} es a disminuir más cuanto más deformación se introduce en el material y cuanto menor es T_p , llegando hasta valores cercanos a 130 kJ/mol, valor apreciablemente menor que los valores de Q_{ap} mostrados por el material de partida.

El descenso de los parámetros n_{ap} y Q_{ap} indica un cambio en el mecanismo de deformación de movimiento de dislocaciones controlado por trepado en la 7075 O, a un mecanismo que supone valores de n y Q menores cuanto más deformación se introduce en la muestra o menor sea la temperatura de procesado. Aunque más adelante se discutirá sobre el mecanismo responsable de un descenso de n_{ap} a valores cercanos a 3 y/o descenso de Q_{ap} por debajo de Q_R , es oportuno adelantar que los mecanismos candidatos son movimiento de dislocaciones controlado por solución sólida (“*solute drag*”, $n=3$) y deslizamiento de fronteras de grano (DFG, $n=2$ y $Q=Q_R$ o Q_{FG}). Actualmente existe cierta controversia sobre cuál de los dos mecanismos es responsable de la elevada superplasticidad en algunas aleaciones de Al ultrafinas que han sido procesadas por SPD [18,32,76,129,130]. Posteriormente se discutirá cual de los dos mecanismos está respaldado por la fenomenología observada en la presente investigación para arrojar luz sobre dicha controversia.

4.3.3.3 Aumento de la ductilidad

El aumento de la ductilidad en deformación a alta temperatura está correlacionado con el exponente de la tensión, n . La estabilidad plástica de los materiales deformados en tracción varía generalmente con n de manera que cuanto menor es n , más estable plásticamente se comporta el metal y mayor es su alargamiento. En la Fig. 4.41 se muestra el valor del alargamiento a rotura, e_F , y de n_{ap} de las muestras 7075 O, 1p T_a, 3p, 5p y 8p 130°C ensayadas en tracción a $\dot{\epsilon} = \text{cte}$ a 300°C. A medida que se realizan pasadas, los picos de ductilidad máxima y el de n_{ap} mínimo, se desplazan hacia velocidades de deformación mayores como

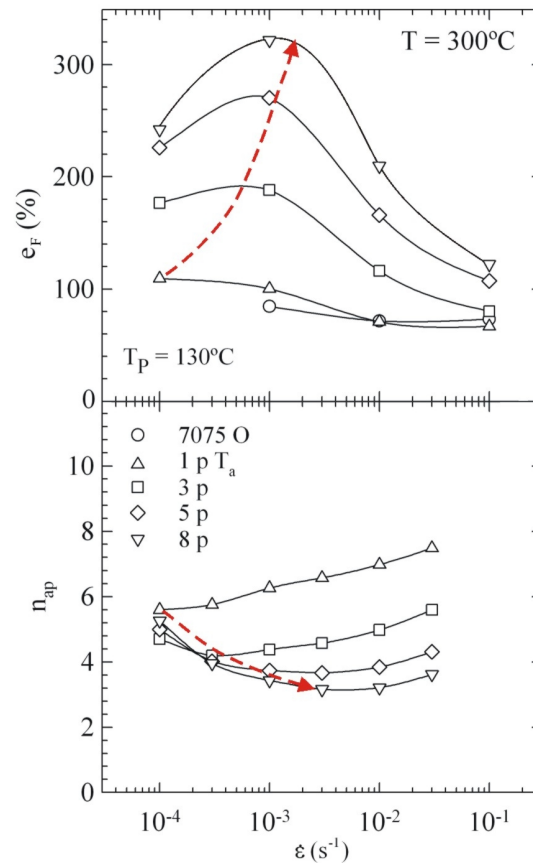


Fig. 4.41. Efecto de N en el pico de ductilidad para ensayos de tracción a 300°C. Desplazamiento del pico de ductilidad y del exponente de la tensión hacia valores crecientes de velocidad de deformación.

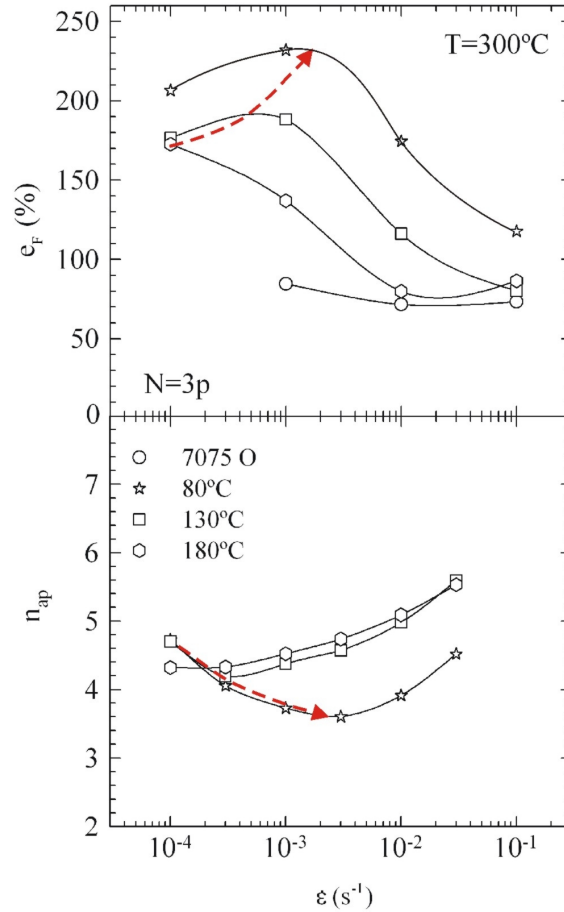


Fig. 4.42. Efecto de T_p en el pico de ductilidad para ensayos de tracción a 300°C . Desplazamiento del pico de ductilidad y del exponente de la tensión hacia valores crecientes de velocidad de deformación.

está indicado por la línea roja de trazo discontinuo. En la Fig. 4.42 se muestra el alargamiento a rotura, e_F y de n_{ap} de las muestras 7075 O y 3p 80, 130 y 180°C ensayadas a 300°C en función de $\dot{\epsilon}$. Cuanto menor es la temperatura de procesado, ambos, el pico de ductilidad máxima y el de n_{ap} mínimo se desplazan hacia velocidades de deformación mayores.

4.3.3.4 Mecanismo de deformación en el intervalo T_{\min} - T_{\max}

Los mecanismos de deformación que justifican un pico de ductilidad a las temperaturas intermedias de los ensayos realizados son fluencia por movimiento de dislocaciones controlado por “*solute drag*”, “SD” ($n=3$), y deslizamiento de fronteras de grano, “DFG” ($n=2$). Para clarificar los mecanismos de deformación, es necesario analizar los valores de los parámetros de fluencia n_{ap} y Q_{ap} . En las muestras procesadas en esta investigación el valor mínimo del exponente de la tensión es cercano a $n_{ap} = 3$. Valores de n_{ap} similares han sido publicados en otras aleaciones de Al procesadas por SPD, por lo que se ha propuesto en la literatura un mecanismo de fluencia por SD [18,129,130]. Sin embargo, como se va a discutir a lo largo del ap. 4.3.3.4.1, n_{ap} es el valor aparente o experimental que debe ser corregido de acuerdo a la ecuación de fluencia operativa si varía algún parámetro microestructural. En particular, en microestructuras de alta inestabilidad térmica a altas temperaturas como las procesadas por SPD, n_{ap} está afectado por el crecimiento de grano. En el siguiente apartado se discuten algunos resultados publicados en la literatura que defienden un mecanismo de fluencia por SD en microestructuras ultrafinas basándose en el valor de n_{ap} , y se abre la puerta a que sea DFG el mecanismo responsable de la deformación.

4.3.3.4.1 Objeciones al mecanismo SD

El mecanismo SD ha sido propuesto en algunos trabajos como el mecanismo de deformación de algunas aleaciones de Al procesadas por SPD en las que se han registrado alargamientos superiores al 200%. Lee y col. [129], procesaron por ECAP a T_a y 100°C una aleación de Al 2024 compuesta por (% masa) Al-4,4Cu-1,5Mg en estado sobre-envejecido. A partir de los datos de tensión máxima obtenidos de las curvas de ensayos de tracción a rotura a 400°C y distintas velocidades de deformación, se calcularon valores del exponente experimental de la tensión $n_{ap} \approx 3$. Basándose en este resultado y en que se alcanzaron alargamientos de $\sim 500\%$ los autores concluyeron en que el mecanismo de deformación debía ser SD, y lo justificaron por la presencia de átomos de Mg y Cu disueltos en la red de Al. Igualmente, en otros trabajos sobre aleaciones de Al procesadas por ECAP u otros procesados por SPD se observan valores de $n_{ap} \approx 3$ y ductilidades entre 200-400%. Basándose en la presencia de Mg u otros elementos en solución sólida concluyen en que el mecanismo de deformación fue SD [18,130].

Sin embargo, dadas las características microestructurales de 7075 O y su respuesta mecánica en los ensayos de tracción, es posible plantear algunas objeciones a que el mecanismo responsable de las altas ductilidades observadas sea SD:

- 1.- En la aleación Al 7075 O procesada en el presente investigación, los valores del exponente de la tensión están comprendidos entre 3-4, siendo el valor mínimo $n_{ap}=3,2$ durante el ensayo a 300°C a la velocidad de deformación $\dot{\epsilon}=10^{-2} \text{ s}^{-1}$. El incremento en la ductilidad y $n_{ap}\sim 3$ podría indicar un mecanismo de fluencia por SD justificado por la presencia de Zn, Mg y Cu en solución sólida. Sin embargo, a las temperaturas de ensayo $\leq 300^\circ\text{C}$, estos elementos se encuentran en las partículas grandes de Al_7CuFe , y en las fases $\text{Al}_{18}\text{Mg}_3\text{Cr}_2$ y $\text{Mg}(\text{Zn}_2\text{AlCu})$ de equilibrio (fase η), formadas durante el recocido de sobreenviejecimiento a 280°C. Durante este recocido, los intermetálicos ricos en Fe se transforman en Al_7CuFe y se forma la fase rica en Cr, $\text{Al}_{18}\text{Mg}_3\text{Cr}_2$ [124], siendo ambas fases altamente insolubles. Respecto a los precipitados envejecibles, de acuerdo con Deiasi y Adler [131], a 280°C se produce la transformación de zonas de Guinier-Preston y precipitados η' (presentes en la microestructura T6) a precipitados de la fase estable η , y su crecimiento. La disolución de la fase η es apreciable a temperaturas superiores a 300°C. Por lo tanto, después del tratamiento de sobreenviejecimiento, a temperaturas de procesado y ensayo en el intervalo $T_{\min}-T_{\max}$ (250-300°C), los átomos de Mg, Zn y Cu se encuentran en las fases presentes en la microestructura, y no en solución sólida.
- 2.- De operar el mecanismo SD, debería aparecer ya en las muestras 7075 O, mostrando valores de n_{ap} cercanos a 3. Sin embargo, los ensayos de cambios de $\dot{\epsilon}$ de aleación de partida 7075 O muestran valores de n_{ap} entre 9-12, valores muy superiores a 3, a diferencia de las muestras procesadas por ECAP.
- 3.- De acuerdo con la ley potencial característica del mecanismo SD (ecn. (2.7)), σ no depende del tamaño de grano, sino únicamente de $\dot{\epsilon}$ y T. Sin embargo, la evolución de n_{ap} con N y T_P , mostrada en la Fig. 4.39, indica una dependencia de σ en la evolución de la microestructura, que consiste básicamente en la disminución del tamaño de grano y la generación de HABs. Por lo tanto, esta dependencia de σ con el tamaño de grano es contraria a la actuación de un mecanismo de SD.

- 4.- Si el mecanismo de deformación es SD, después del ensayo los granos han de mostrar morfologías que reflejen el alargamiento uniforme de la probeta en la dirección de tracción. Así, en microestructuras con morfologías de grano inicialmente equiaxiales, después de alargamientos entre 200 y 300%, éstas deberían mostrarse alargadas en la dirección de tracción con una relación de aspecto entre 9 y 16. Sin embargo, en las Fig. 4.24a,b, Fig. 4.25b y Fig. 4.26, que pertenecen a la zona deformada de probetas con $n_{ap} = 3-4$ y alargamientos entre 200 y 300%, se observan morfologías de (sub)grano prácticamente equiaxiales. Aunque se muestran ligeramente alargadas en la dirección de tracción, no reflejan las elevadas relaciones de aspecto esperadas en un mecanismo SD.
- 5.- El mecanismo SD operante en la deformación a alta temperatura de aleaciones de Clase I (tipo solución sólida) se caracteriza por mostrar “transitorios inversos” de la tensión cuando se varía la velocidad de deformación [49]. El término inverso se debe a que el transitorio ocurrido en la tensión entre dos velocidades de deformación ocurre de forma opuesta a los observados en metales puros y aleaciones de Clase II (tipo metal). Un ejemplo de transitorios inversos en un ensayo de cambios en la velocidad de deformación se da en la Fig. 4.43, que muestra la curva $\sigma-\dot{\epsilon}$ correspondiente a un ensayo de cambios en $\dot{\epsilon}$ realizado a 450°C en una aleación Al 5083 (Al-4,5%Mg-0,8%Mn) [62]. Esta aleación es conocida por deformarse bajo el mecanismo SD a tamaños de grano grandes ($>15\mu m$) [63]. En la curva $\sigma-\dot{\epsilon}$ de la Fig. 4.43 se observa que cambios a valores de $\dot{\epsilon}$ mayores implican un aumento abrupto de σ que en seguida baja hasta alcanzar un valor estacionario. Del mismo modo, cambios a valores de $\dot{\epsilon}$ menores implican un descenso abrupto de σ que en seguida aumenta hasta alcanzar un valor estacionario. Por el contrario, los transitorios de la tensión habituales son opuestos a los mostrados en la Fig. 4.43. Este fenómeno es exclusivo del mecanismo de SD y no tiene lugar en otros mecanismos de fluencia, por lo que a menudo se utiliza como un criterio para descartar o confirmar la operación de SD mediante ensayos de cambios en la velocidad de deformación, además de los parámetros n y Q [61,62].

En la presente investigación se revisaron los transitorios de la tensión en los ensayos de cambios de $\dot{\epsilon}$ de las muestras procesadas. En la Fig. 4.44 se muestra en detalle una parte de las curvas $\sigma-\dot{\epsilon}$ de las probetas 3p, 5p y 8p 130°C y 3p 80°C ensayadas a 300°C, que muestran valores de n_{ap} cercanos a 3. En dicha figura se ve claramente que los transitorios de la tensión en todas las

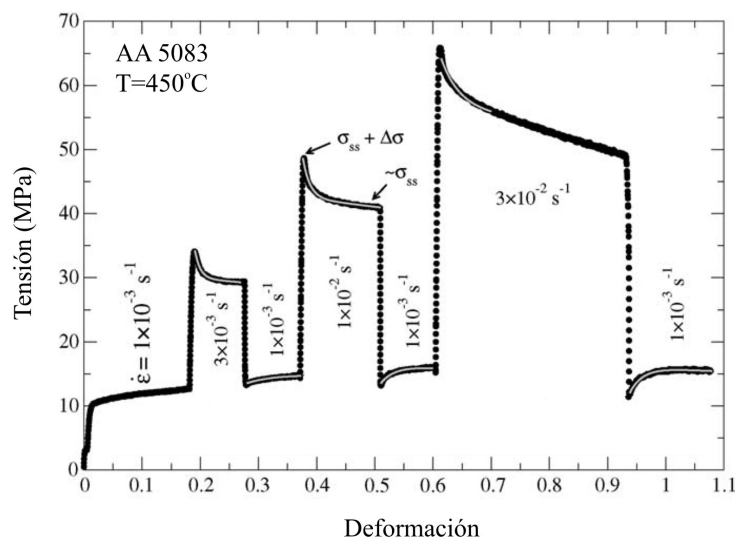


Fig. 4.43. Curva σ - ϵ de una probeta de Al 5083 ensayada a 450°C mediante cambios en $\dot{\epsilon}$ [62].

muestras se asemejan a los normales exhibidos en los mecanismos de fluencia de metales puros y aleaciones de Clase II, y no se parecen a los mostrados en la Fig. 4.43. De acuerdo a la literatura, este hecho descarta que el mecanismo responsable de la deformación sea movimiento de dislocaciones controlado por SD [62,132].

Estas objeciones planteadas sobre el mecanismo de fluencia por SD sugieren que sea otro el mecanismo de deformación, en particular DFG. Además, como se ve a continuación, la fenomenología mostrada por la aleación Al 7075 estudiada es característica de un mecanismo de fluencia por DFG.

4.3.3.4.2 Mecanismo de deformación Al 7075 procesada por ECAP

La fenomenología es característica de un mecanismo de fluencia por DFG por las siguientes razones:

- 1) Cuanto más severo es el procesado y menor es el tamaño de grano, más disminuye la tensión de fluencia (Figs. 4.15 y 16), hecho que se explica atendiendo a las ecuaciones fenomenológicas del mecanismo del mecanismo de DFG (ecns. (2.4 y 2.5)). A una velocidad de deformación concreta, la tensión es proporcional al tamaño de grano elevado a una potencia $p/2$, donde $p=2$ o 3 dependiendo de si la difusión se produce en la red cristalina o

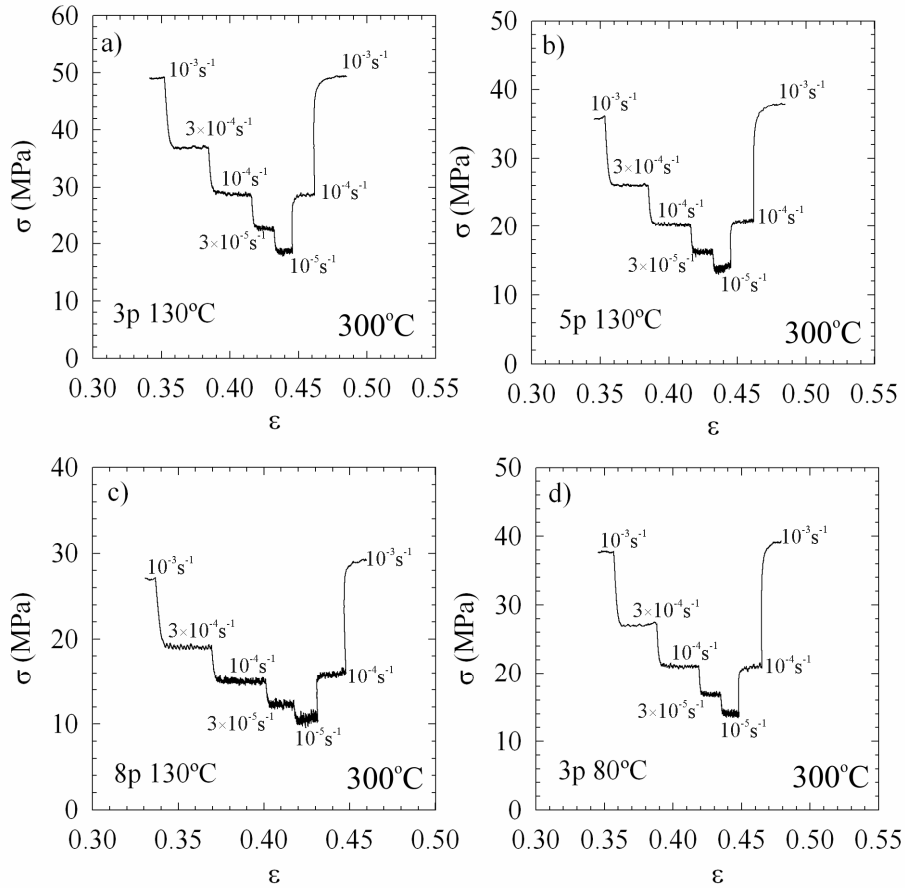


Fig. 4.44. Detalle los transitorios de la tensión en curvas σ - ϵ de los ensayos de cambios de la velocidad de deformación a 300°C de las muestras a) 3p130°C; b) 5p130°C; c) 8p130°C y d) 3p180°C.

a lo largo de las fronteras de grano. Por lo tanto, a mayor deformación acumulada y severidad de procesamiento menor tamaño de grano, y las tensiones de fluencia disminuyen en concordancia.

- 2) La dependencia de σ en el tamaño de grano se observa también al comparar los datos $\dot{\epsilon}$ - σ de los cambios de subida de las probetas 7075 O y 8p 130°C, cuyos puntos se marcan en color rojo en la Fig. 4.14. En el caso de la probeta 7075 O se observa que los valores de σ de los cambios de subida coinciden con los de bajada a todas las temperaturas de ensayo. Este hecho

indica que el tiempo de permanencia a la temperatura de ensayo no afecta a la respuesta mecánica de la microestructura. Por el contrario, en la probeta 8p 130°C a las temperaturas de ensayo a las que el mecanismo DFG domina, los valores de σ son sistemáticamente mayores que los de bajada, signo de endurecimiento de la muestra durante el ensayo. Este endurecimiento se debe al engrosamiento de la microestructura durante el tiempo transcurrido entre los saltos de bajada y los de subida. En la muestra ensayada a 400°C, se produce la transición de mecanismo DFG a movimiento de dislocaciones controlado por trepado debido al crecimiento de grano, y la evolución de σ en los cambios de subida vuelve a ser la misma que en la probeta de partida 7075 O.

- 3) Además de un tamaño de grano fino, se cumple el otro requisito imprescindible para que los granos deslicen en las fronteras, y es que tengan carácter de ángulo alto. Las medidas de microtextura realizadas mediante ACOM-TEM muestran que a medida que se realizan pasadas, se aumenta la población de HABs (Fig. 4.7), hasta una fracción del 56%. Por lo tanto, la superficie de fronteras de grano deslizantes aumenta con N. En las muestras procesadas a distintas T_p no se realizaron medidas de microtextura. Sin embargo, se puede encontrar en la literatura, que a temperaturas de procesado mayores se retarda la evolución de las fronteras de bajo a alto ángulo [75]. Por lo tanto, mayor deformación acumulada y severidad del procesado conducen a desorientaciones altas que favorecen el mecanismo de DFG.
- 4) Hay una reducción de los exponentes de la tensión desde $n_{ap}=13$ hacia valores cercanos a $n_{ap}=3$ cuanto mayor es la deformación acumulada y más severo es el procesado. Del mismo modo, la energía de activación experimental Q_{ap} disminuye por debajo de la energía de activación de autodifusión del Al hasta valores de 125 kJ/mol aproximadamente. Los valores teóricos para DFG son $n=2$ y $Q=Q_{FG}$ si está controlado por difusión en las fronteras de grano o $Q=Q_R$ cuando está controlado por difusión en la red. El hecho de que los valores obtenidos discrepen de los valores verdaderos se puede deber a varias razones:
 - Como ya se explicó en el ap. 2.1.3, la microestructura es térmicamente inestable y el tamaño de grano aumenta durante el ensayo, lo que afecta a los valores de la tensión de fluencia y, en consecuencia, los valores de n_{ap} y Q_{ap} . Según la ecn. (1.2) el tamaño de grano afecta a σ con un

exponente $p=2$ ó 3 dependiendo de si está controlado por difusión en la red (D_R) o a través de las fronteras de grano (D_{FG}).

El efecto del crecimiento de grano en los valores de σ se puede calcular, a partir de la ley potencial en el caso de DFG ecn. (1.2), para un caso ideal en el que el endurecimiento durante el ensayo se deba únicamente a crecimiento de grano. Si se realiza un ensayo de tracción a T y $\dot{\epsilon}$ constantes, al comienzo del ensayo, la tensión σ_0 está asociada a un tamaño de grano inicial L_0 . Después de un cierto valor de deformación la tensión σ_1 está asociada a un tamaño de grano L_1 . Como la velocidad de deformación es constante, se puede derivar una expresión de σ_1 en función de σ_0 , L_0 y L_1 :

$$\sigma_1 = \sigma_0 \left(\frac{L_1}{L_0} \right)^{p/2} \quad (4.1)$$

El efecto del engrosamiento de grano en las curvas de tracción y en el cálculo de los exponentes experimentales se ilustra en la Fig. 4.45. En esta figura se muestran las curvas hipotéticas de tracción de un mismo material con grano fino a dos velocidades de deformación $\dot{\epsilon}_1$ y $\dot{\epsilon}_2$, siendo $\dot{\epsilon}_1$ un orden de magnitud mayor que $\dot{\epsilon}_2$. Las curvas de color negro son las curvas reales, en las que se ve cómo aumenta la tensión por efecto del crecimiento de grano. Las curvas de color rojo representan la tensión de fluencia en ausencia de crecimiento de grano. Si la microestructura fuera estable, la tensión se mantendría estacionaria en σ_{01} y σ_{02} en cada caso. En el caso hipotético de una microestructura estable (curvas de color rojo), el exponente de la tensión sería $n=2$ correspondiente al mecanismo de DFG. En cambio, el cálculo de n en el caso de microestructuras inestables conlleva el efecto del crecimiento de grano, por lo que de n_{ap} vendría dado, sustituyendo las tensiones máximas de cada curva dadas por la ecn. (4.1) en la ecn. (3.4) por la siguiente expresión:

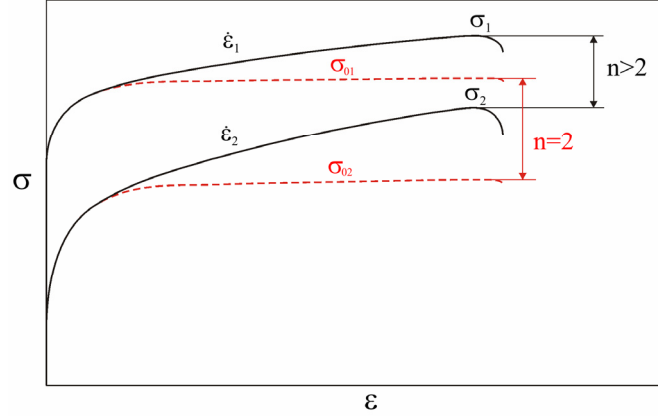


Fig. 4.45. Efecto del crecimiento de grano sobre la tensión de fluencia cuando el mecanismo de deformación es DFG.

$$n_{ap} = \frac{\log\left(\frac{\dot{\epsilon}_1}{\dot{\epsilon}_2}\right)}{\log\left(\frac{\sigma_{01}}{\sigma_{02}}\right) + \frac{p}{2} \log\left(\frac{L_1}{L_2}\right)} = \frac{1}{\frac{1}{2} + \frac{p}{2} \log\left(\frac{L_1}{L_2}\right)} \quad (4.2)$$

Dado que el ensayo realizado a la velocidad $\dot{\epsilon}_2$ dura más tiempo, el tamaño de grano $L_2 > L_1$, por lo que el segundo término del denominador es negativo, aumentando el valor de n_{ap} por encima de 2. Por lo tanto, en el caso de que el mecanismo de deformación sea DFG, los valores de n_{ap} serían mayores que el previsto $n=2$, por lo que no se debe descartar dicho mecanismo de DFG ni asegurar que un valor de $n_{ap} = 3$ implica necesariamente un mecanismo de fluencia por SD.

- Las temperaturas de ensayo son unos 200°C menores que las habituales para la observación del mecanismo de DFG. Este hecho puede afectar al mecanismo de acomodación.
- Además, debido a la textura de cizalla, la fracción de HABs producida, incluso después de 8 pasadas, es menor que la prevista en un material con textura aleatoria. Este hecho implica que no todas las fronteras

pueden deslizar, siendo el tamaño de grano efectivo para el deslizamiento mayor de lo esperado.

De cualquier modo, la tendencia descendente de ambos, n_{ap} y Q_{ap} , con la deformación y la severidad es indicativo de que tienden a acercarse a $n=2$ y $Q=Q_{FG}$. Esto está de acuerdo con lo propuesto por Ruano y Sherby [59] y es que, una microestructura fina favorece la contribución de la difusión a lo largo de las fronteras de grano y más aún a temperaturas comprendidas entre $0,4T_f < T < 0,6T_f$, a las que la difusión a lo largo de las fronteras de grano es favorable con respecto a la difusión de red. El límite superior del intervalo estudiado $T_{max} = 300^\circ\text{C}$ es precisamente $0,6T_f$ por lo que es previsible un mecanismo de fluencia por DFG controlada por difusión a lo largo de las fronteras de grano más que a través de la red cristalina del Al.

- 5) En las Figs. 4.41 y 4.42 se observa un desplazamiento del pico de máximo alargamiento hacia velocidades de deformación altas y temperaturas bajas a tamaños de grano menores. Este efecto es producto del afino de grano producido durante el procesado. En virtud de las ecns. (2.4) y (2.5) el afino de grano implica que la velocidad de deformación a la que se da el flujo superplástico óptimo se desplaza a valores más altos. Del mismo modo, un descenso del tamaño de grano permite que se observe flujo superplástico a menores temperaturas.
- 6) Como se comenta en el apartado anterior, la morfología de los granos después de deformaciones entre 200 y 300% es ligeramente alargada en la dirección de tracción pero no refleja el alargamiento de la probeta. Cuando los granos se mantienen equiaxiales después de deformaciones altas es signo inconfundible de DFG. En la sección de resultados se pueden ver distintos ejemplos de estructuras de grano equiaxiales en muestras ensayadas dentro del intervalo superplástico. Por ejemplo, en los mapas de orientaciones mostrados en Fig. 4.24a y b, de muestras ensayadas por cambios en la velocidad de deformación a 300 e incluso $350^\circ\text{C}^\ddagger$, se observan morfologías

[‡] Como ya ha sido comentado anteriormente, la probeta 8p 130°C sometida a cambios de $\dot{\epsilon}$ a 350°C mantuvo un tamaño de grano relativamente fino y, por tanto, el mecanismo correspondiente al intervalo $T_{min}-T_{max}$. Según lo anterior, en este caso concreto, el comportamiento mecánico ($n_{ap}\sim 3,2$ y $e_F\sim 200\%$) y la microestructura mostrada en Fig. 4.24b, son representativas de un mecanismo DFG.

de grano equiaxiales con tamaños de ~ 2 y $4 \mu\text{m}$, respectivamente, después de alargamientos de $\sim 200\%$.

También se observan granos casi equiaxiales en la imagen obtenida por MET (Fig. 4.25b) de la muestra ensayada a 300°C $\dot{\epsilon}=10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ($\epsilon_F \approx 240\%$).

La imagen por MEB de la rugosidad de una muestra 8p 130°C pulida y ensayada a 300°C $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (alargamiento $\approx 320\%$) mostrada en la Fig. 4.26 es representativa de un mecanismo de DFG. En la imagen se observan granos y agregados de granos prácticamente equiaxiales y los efectos del deslizamiento en las fronteras de grano. Aunque las estructuras están ligeramente alargadas en la dirección de tracción, no reflejan el alargamiento de la probeta del 320% . Dado que la fracción de HABs medida mediante ACOM-TEM es de 56% , los agregados pueden ser de (sub)granos que no deslizan entre sí ya que están separados por fronteras de bajo ángulo.

En resumen, se ha procesado una aleación Al 7075 en estado sobreenvejecido mediante ECAP hasta diferentes deformaciones acumuladas y grados de severidad. Cuanta más deformación acumulada y más severo es el procesado, menor es el tamaño final de grano obtenido y mayor la desorientación de las fronteras. Las propiedades mecánicas obtenidas son totalmente dependientes del tamaño de grano. A T_a , cuanto mayor es la severidad del procesado, mayor es la resistencia del material debido a una microestructura de (sub)grano fino. A temperaturas intermedias se ha encontrado un intervalo de temperaturas entre 250 y 300°C en el que se observa un comportamiento superplástico de la aleación. En dicho intervalo, se muestran evidencias que soportan superplasticidad mediante un mecanismo de deslizamiento de las fronteras de grano. Aunque la deformación está condicionada por la inestabilidad microestructural, es posible alcanzar deformaciones superiores al 200% , generalmente requerida para conformado superplástico, a T menores y $\dot{\epsilon}$ mayores de lo publicado hasta la fecha en la aleación Al 7075. Los resultados mostrados son muy prometedores y tienen importancia tecnológica, ya que demuestran la posibilidad de desarrollar microestructuras superplásticas a T bajas sin la necesidad de añadir Zr y Sc en la composición de la aleación. Por todo ello, el procesado por ECAP es una alternativa excelente a otros procesados.

4.3.4 Comparación con muestras procesadas por HPT

HPT es un procesado más severo que ECAP mediante el que se alcanzan afinos de grano y generación de HABs más pronunciados [14]. Además, las altas presiones hidrostáticas desarrolladas en la muestra durante el procesado HPT producen un aumento en la ductilidad del material que puede someterse a grandes deformaciones a temperaturas menores que las utilizadas en otros procesados. El inconveniente de HPT es la escasa cantidad de material que es posible procesar en comparación con ECAP y otros procesados por deformación plástica severa, hecho que, por el momento, limita su utilización únicamente a escala de laboratorio. En la presente investigación, la comparación de los resultados obtenidos mediante ECAP con muestras con un procesado más severo mediante HPT se estimó muy interesante. La intención era conocer si mediante ECAP se había alcanzado una saturación de las propiedades, o si, por el contrario, aún es posible llegar más lejos con la aleación Al 7075.

Con respecto al afino de grano, la muestra procesada por HPT resulta en menores tamaños de (sub)grano que las procesadas por ECAP, llegando a tamaños de grano del orden de 100 nm (Fig. 4.10) con una morfología más equiaxial. Además, el patrón de difracción obtenido por selección de área indica una desorientación mayor que en las muestras procesadas por ECAP. Estas observaciones, sugieren que no se alcanzó una saturación del afino microestructural mediante ECAP ya que la aplicación de una deformación y severidad mayores, llevaría a una microestructura más fina y desorientada. Se ha obtenido a una dureza superior HV=220 (Tabla 4.4), atribuido principalmente al mayor afino de grano.

Mediante el uso del ensayo SPT se ha podido comparar la respuesta mecánica de las muestras procesadas mediante ECAP con las de HPT. En primer lugar se evaluó la representatividad de las medidas realizadas mediante SPT comparando los resultados con los obtenidos en tracción. Se ha comprobado que la técnica SPT reproduce la fenomenología observada en tracción. A continuación se comentan algunas observaciones:

- En primer lugar, en las curvas F-d de los ensayos a 250°C y 300°C de las muestras procesadas por ECAP (Figs. 4.27-28) se observa un incremento de la deformación, en términos de d_f en las muestras procesadas con respecto a la de partida 7075 O. Además, el incremento de d_f sigue la misma tendencia

que el alargamiento en tracción en función de la deformación acumulada y severidad del procesado.

- Se observa que la fuerza en los ensayos SPT descende en las muestras procesadas y, al igual que en los ensayos de tracción, descende más cuanto mayor es la deformación acumulada y severidad del procesado.
- De acuerdo con la ecn. A1.7 (apéndice 1) las velocidades de deformación de los ensayos SPT cuando $d_e=1,4$ mm son $\sim 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y $\sim 2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Se han calculado los valores de n_{ap} entre 250 y 400°C con dichas velocidades de deformación de algunas muestras procesadas por ECAP. Los valores obtenidos se han comparado con los valores de n_{ap} correspondientes a las velocidades de $3 \cdot 10^{-2}$ y $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ obtenidos mediante los ensayos de tracción de cambios en la velocidad de deformación de las mismas muestras. En la Fig. 4.46 se han representado los valores de n_{ap} hallados mediante ambas técnicas de ensayo. Salvo por la aleación de partida, que no coinciden exactamente, los valores de n_{ap} obtenidos a partir de los datos SPT son similares a los calculados a partir de los datos de tracción.

En comparación con las muestras procesadas por ECAP, las muestras HPT muestran cargas de ensayo menores, F_e ; alargamientos a rotura mayores, d_f , y un valor $n_{ap}=2,5$, menor que el de la muestra procesada a 8p mediante ECAP. El

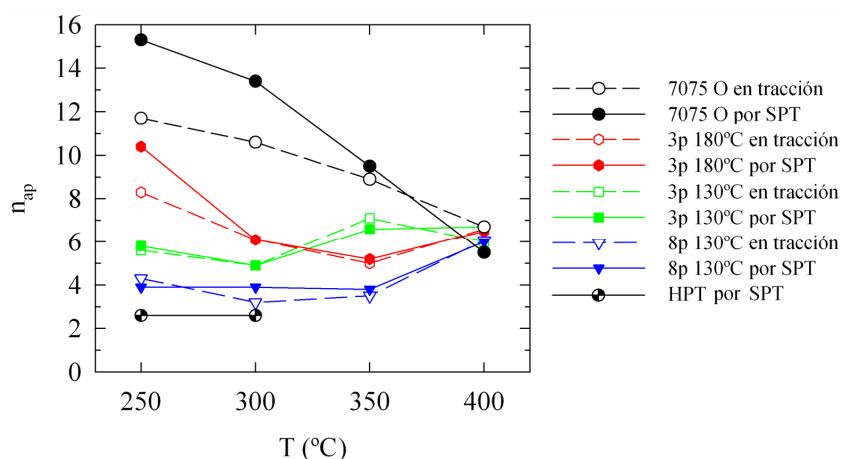


Fig. 4.46. Comparación de los valores de n_{ap} calculados a partir de los datos SPT con los calculados a partir de los datos de tracción a velocidades de deformación similares.

resultado implica que la muestra procesada por HPT tiene un mejor comportamiento superplástico que las muestras de ECAP. Durante el procesado HPT se ha desarrollado un tamaño de grano más fino y equiaxial y una desorientación mayor. Esta microestructura es más idónea para un mecanismo de DFG y es por ello que el exponente de la tensión se aproxima más al valor $n=2$. Además, se muestra más dúctil que las muestras procesadas por ECAP.

El resultado conseguido mediante HPT confirma que es posible desarrollar microestructuras que sean superplásticas a temperaturas bastante menores y velocidades de deformación superiores a las utilizadas convencionalmente en procesos de conformado superplástico en Al 7075, y que el límite no se ha alcanzado por ECAP. El sistema ECAP utilizado en la presente investigación es un equipo pequeño y limitado por la capacidad de la máquina de tracción. La mejora en el diseño, de los materiales empleados o la aplicación de otros conceptos como el de una presión de retroceso ("*backpress*") en el canal de salida, aumentando la presión hidrostática [133], llevarían a procesados más severos que los realizados en la presente investigación y la obtención de mejores propiedades mecánicas.

Capítulo 4

Aleación Al 7%Si

5 Aleación Al-7%Si

5.1 Procesado

Las muestras de Al-7%Si se procesaron por ECAP así como por HPT. En este apartado se describen las diferentes condiciones de procesado en ambos procesos.

5.1.1 Procesado por ECAP

Se han procesado mediante ECAP muestras de la aleación Al-7%Si en estado de colada. Se han realizado 1, 2, 4 y 8 pasadas mediante las cuatro rutas de procesado descritas en el ap. 2.2.2.3, A, B_A, B_C y C. El procesado se realizó a T_a a una velocidad de desplazamiento de 1 cm/min. Con el fin de poder referenciar cada condición de procesado con la mayor claridad posible a lo largo del capítulo, se ha utilizado una nomenclatura sencilla dada en la Tabla 5.1. Por ejemplo, para referenciar una muestra que ha sido sujeta a 8 pasadas por ruta A, se la ha denominado muestra 8pA.

Como se verá más adelante, tras la solidificación de la aleación de partida, queda una pequeña fracción de Si en solución sólida en las dendritas de Al primario que afecta al afino de grano producido durante el procesado por ECAP y HPT. Para estudiar este efecto se realizó el siguiente experimento. Dos muestras mecanizadas para ECAP de la aleación de colada, se sometieron a un tratamiento térmico para poner en solución sólida el Si a 540°C durante 20 h. Inmediatamente después, una de las muestras se templó en agua (muestra Q), y la otra se dejó

Tabla 5.1. Nomenclatura de las muestras procesadas de Al-7%Si en estado de colada

ruta \ n° de pasadas	1	2	4	8
A	1p	2pA	4pA	8pA
B _A		2pB _A	4pB _A	8pB _A
B _C		2pB _C	4pB _C	8pB _C
C		2pC	4pC	8pC

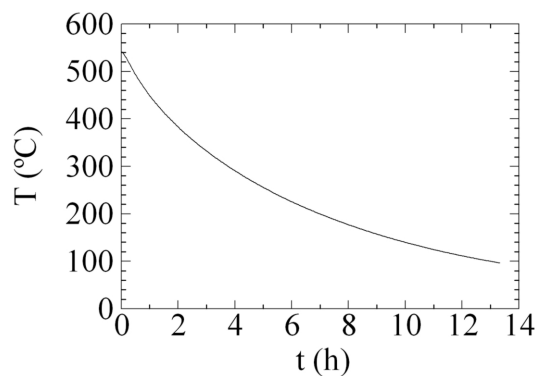


Fig. 5.1. Curva de enfriamiento de la muestra S

enfriar lentamente en el interior del horno (muestra S). La curva de enfriamiento de la muestra S se muestra en la Fig. 5.1. Posteriormente, ambas muestras Q y S se procesaron por ECAP hasta 4 pasadas mediante ruta B_C. Estas dos muestras se compararán más adelante con la muestra del material de colada procesada hasta 4 pasadas por ruta B_C.

5.1.2 Procesado por HPT

Se extrajeron muestras cilíndricas de 10 mm de diámetro y 1 mm de altura de material en estado de colada y se sometieron a 5 revoluciones por HPT a T_a a una presión de 6 GPa. La forma final de las muestras procesadas eran discos de unos 11 mm de diámetro y una altura de 0,7 mm.

5.2 Resultados

5.2.1 Microscopía óptica

5.2.1.1 Material de partida

La microestructura de la aleación Al -7%Si de colada modificada con Na se muestra en la Fig. 5.2. Al tratarse de una composición hipoeutéctica, consta de un constituyente primario en forma de dendritas de Al, rodeado del constituyente eutéctico que solidificó en los espacios interdendríticos (Fig. 5.2a). El constituyente eutéctico se muestra con mayor detalle en la Fig. 5.2b. Se distinguen tres fases: Al eutéctico (en color blanco), partículas de Si (en color negro) y partículas en forma de aguja caracterizadas como Al_5FeSi (en color gris).

Las unidades microestructurales empleadas en el presente trabajo para caracterizar la deformación ocurrida durante el procesado son las “celdas de dendrita” [134]. Éstas son las unidades que componen las dendritas de Al primario, y que en la imagen mostrada en la Fig. 5.2a aparecen como estructuras individuales de color blanco con forma aproximadamente esférica. El tamaño de celda de dendrita en una imagen bidimensional como la mostrada en la Fig. 5.2a viene dado por el diámetro medio de las celdas de dendrita individuales y, para una composición dada, depende exclusivamente de la velocidad de solidificación [134].

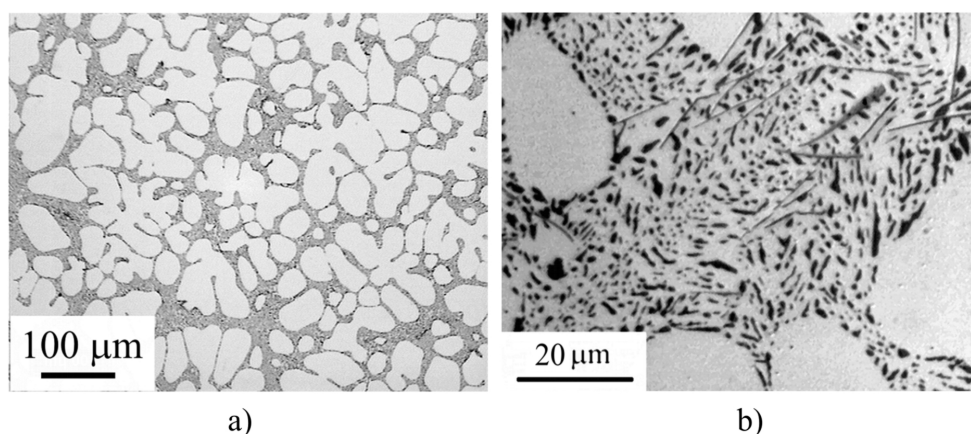


Fig. 5.2. Microestructura de partida: a) Distribución de los constituyentes primario y eutéctico; b) Detalle del constituyente eutéctico.

La uniformidad de la microestructura de colada se ha caracterizado a lo largo del espesor del lingote inicial. Debido a que la velocidad de solidificación durante la colada es mayor en las regiones exteriores del lingote, el tamaño de celda de dendrita es mayor en el centro del lingote que en las regiones externas de éste. El intervalo de tamaños de celda de dendrita, l_0 , medido a lo largo del espesor varía entre 25 - 65 μm , de las regiones externas a la región central del mismo.

5.2.1.2 Muestras de ECAP

En este apartado se muestra la evolución de los constituyentes primario y eutéctico a medida que se realizan pasadas. Las microestructuras se muestran, en forma de imágenes en perspectiva isométrica, en las Figs. 5.3-7, que corresponden a la microestructura de colada (Fig. 5.3), y a la evolución durante el procesado por ruta A, B_A, B_C y C, tras 1, 2, 4 y 8 pasadas (Figs. 5.3-7, respectivamente). Son montajes elaborados a partir de micrografías ópticas tomadas en cada uno de los tres planos definidos X, Y, Z según el sistema de referencia definido en la Fig. 2.11. En el material de partida en estado de colada (Fig. 5.3) las celdas de dendrita se muestran equiaxiales en los tres planos de observación.

Tras la primera pasada, que es común a las cuatro rutas de procesado (Figs.

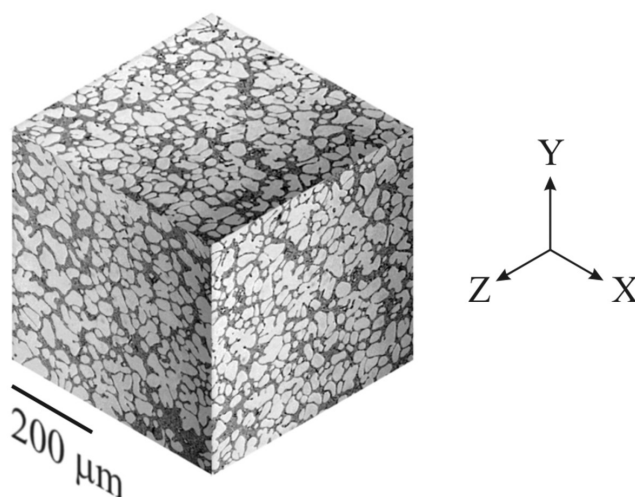


Fig. 5.3. Imagen en perspectiva isométrica de la microestructura de colada.

5.4a-5.7a), los constituyentes aparecen alargados en el plano Z, y el eje longitudinal de las celdas de dendrita ahora distorsionadas, está inclinado un ángulo $\theta \sim 22^\circ$ con respecto al eje X. En el plano X, los constituyentes se muestran comprimidos paralelamente a la dirección Y. Por último, en el plano Y, las celdas de dendrita no muestran deformación aparente y mantienen la misma forma equiaxial que en la microestructura de colada.

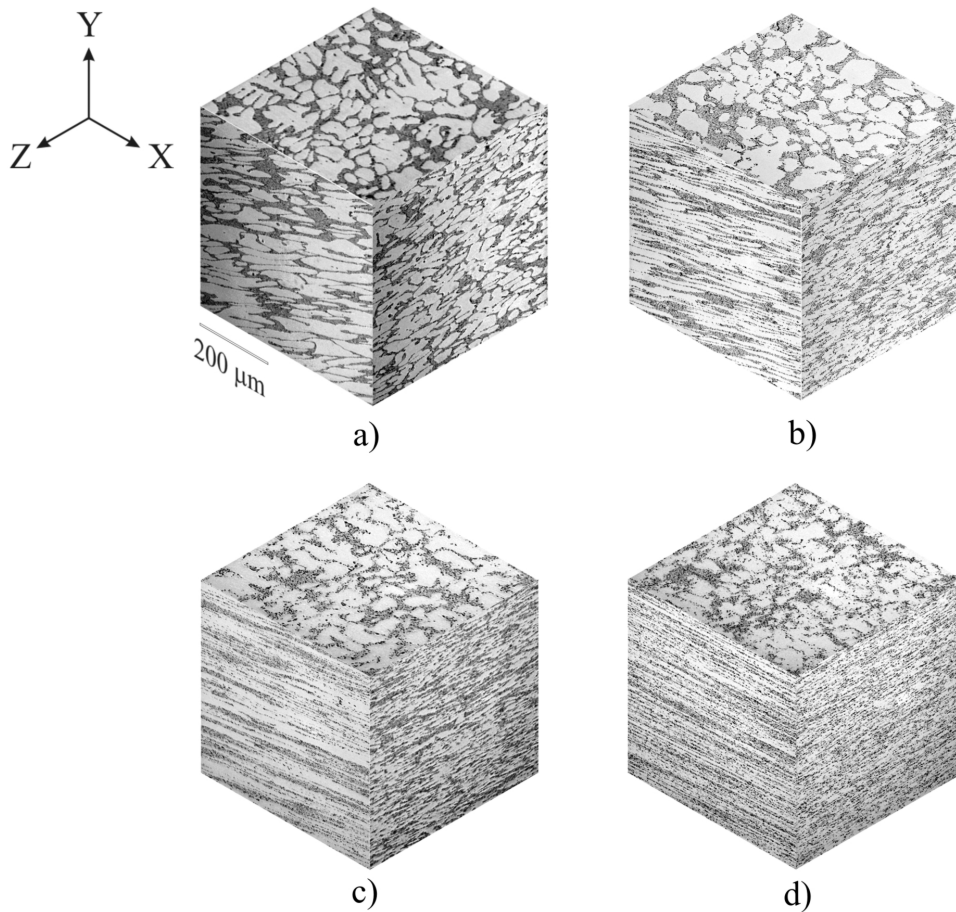


Fig. 5.4. Imágenes en perspectiva isométrica de la microestructura en muestras procesadas mediante ruta A tras a) 1, b) 2, c) 4 y d) 8 pasadas.

Tabla 5.2. Promedio de las medidas del ángulo θ , y las longitudes l_x y l_y , y el ratio l_x/l_y .

N	θ (°)	l_x (μm)	l_y (μm)	l_x/l_y
1	$22,3 \pm 2,2$	$12,8 \pm 1,7$	$27,0 \pm 1,5$	$0,47 \pm 0,07$
2	$13,5 \pm 0,7$	$15,3 \pm 1,9$	$62,2 \pm 1,4$	$0,25 \pm 0,03$
4	$7,2 \pm 0,5$	$7,0 \pm 1,6$	$51,3 \pm 1,5$	$0,14 \pm 0,03$
8	$3,5 \pm 0,3$	$2,7 \pm 1,7$	$30,1 \pm 1,6$	$0,09 \pm 0,06$

A medida que se realizan pasadas por ruta A, Fig. 5.4, los constituyentes se muestran más alargados en el plano Z, y el ángulo de inclinación del eje longitudinal de las celdas de dendrita con el eje X disminuye. En el plano X, los constituyentes se ven más comprimidos progresivamente; y en el plano Y, las celdas de dendrita continúan equiaxiales incluso después de 8 pasadas.

En las muestras procesadas mediante ruta A se midieron dos parámetros microestructurales referentes a la morfología de las celdas de dendrita tras 1, 2, 4 y 8 pasadas. Por un lado el ángulo de inclinación θ con respecto al eje del canal de salida de la probeta (eje X) en el plano Z. Por otro lado, se midieron el espesor de las celdas de dendrita en el plano X (l_x), y el tamaño de celda de dendrita en el plano Y (l_y). Las medidas se realizaron de acuerdo al procedimiento de medida expuesto en el ap. 3.3.2 y se han incluido, junto con el ratio l_x/l_y en la Tabla 5.2.

La evolución de la microestructura con N mediante ruta B_A se muestra en la Fig. 5.5. En este caso, los constituyentes se van alargando tanto en el plano Z como en el Y. Además, el ángulo de inclinación del eje longitudinal de las celdas de dendrita con el eje X disminuye con la deformación en ambos planos Z e Y. En el plano X, las celdas de dendrita se muestran comprimidas progresivamente al igual que en caso de ruta A, sin embargo, la compresión no se da paralela al eje Y sino paralela a una dirección que forma 45° con dicho eje.

La evolución de la microestructura durante el procesado por ruta B_C se muestra en la Fig. 5.6. Tras la segunda pasada (Fig. 5.6b) los constituyentes primario y eutéctico aparecen distribuidos igual que tras la segunda pasada por ruta B_A, alargados e inclinados respecto al eje X en los planos Z e Y. Además están comprimidos en el plano X en una dirección a 45° con el eje Y. Tras 4 pasadas

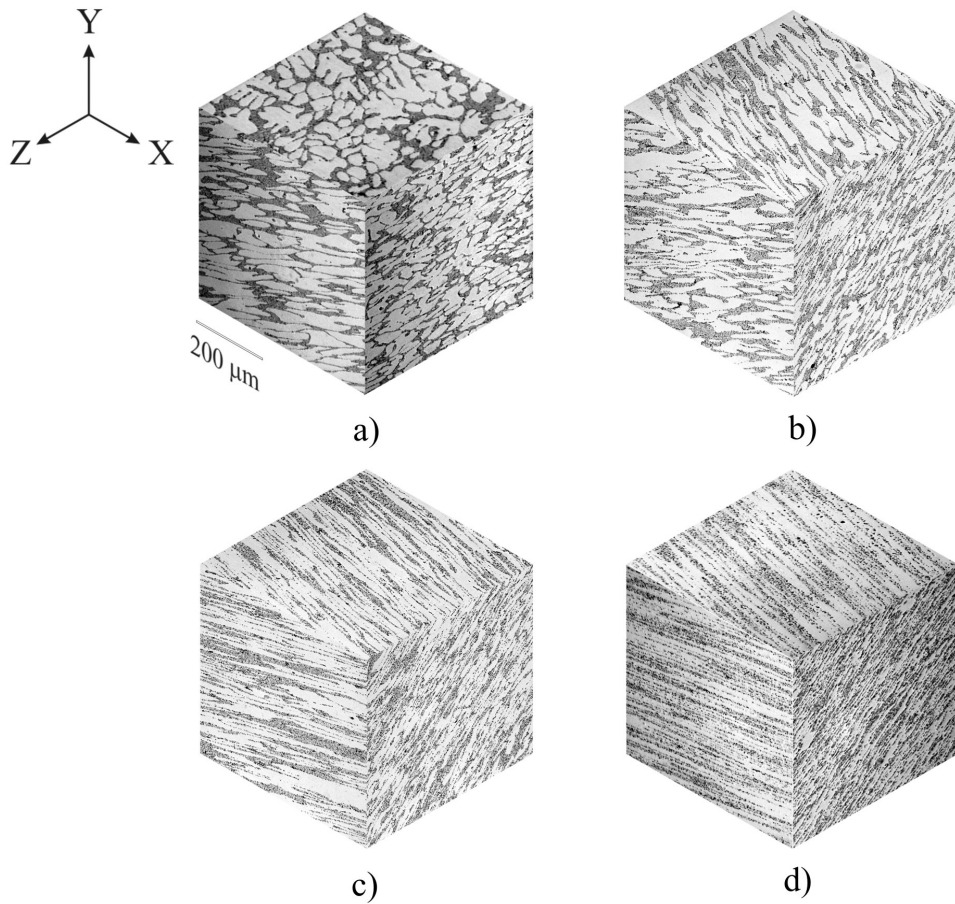


Fig. 5.5. Imágenes en perspectiva isométrica de la microestructura en muestras procesadas mediante ruta B_A tras a) 1, b) 2, c) 4 y d) 8 pasadas.

(Fig. 5.6c), la apariencia de los constituyentes en los tres planos es prácticamente igual a la que se aprecia en la micrografías del material de colada (Fig. 5.3). No se observa ni alargamiento ni inclinación de las celdas de dendrita, que se mantienen equiaxiales en los tres planos. Lo mismo se observa tras 8 pasadas (Fig. 5.6d), la distribución de los constituyentes primario y eutéctico es prácticamente igual a como se muestran en la micrografía del material de partida.

Si se procesa la aleación mediante ruta C (Fig. 5.7), los constituyentes primario y eutéctico adquieren una apariencia en los tres planos X, Y y Z

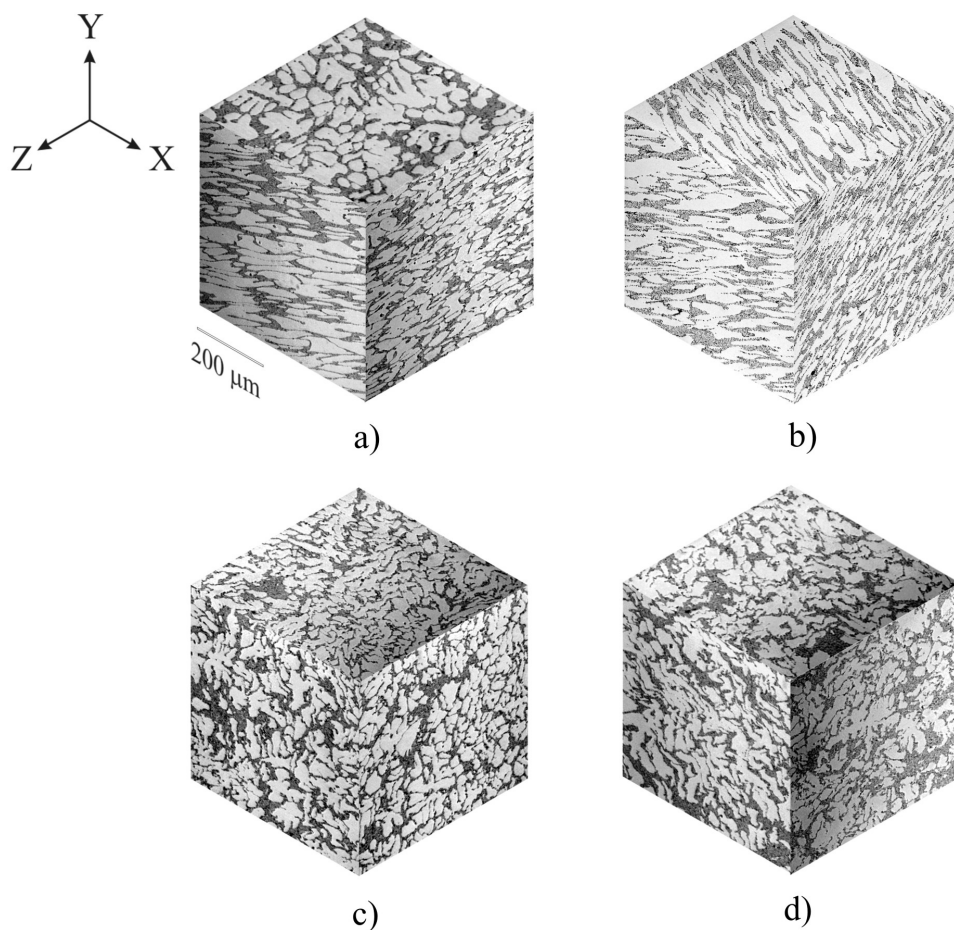


Fig. 5.6. Imágenes en perspectiva isométrica de la microestructura en muestras procesadas mediante ruta B_C tras a) 1, b) 2, c) 4 y d) 8 pasadas.

prácticamente igual a la que muestran en el material de partida después de dos, cuatro y ocho pasadas de ECAP.

Para ver si hay evidencia de desplazamiento relativo de partículas de Si eutéctico hacia el interior de las dendritas de Al primario, se han hecho metalografías a mayores aumentos. En la Fig. 5.8 se muestran micrografías de los constituyentes eutéctico y primario de una muestra sometida a 1, 4 y 8 pasadas mediante ruta A, en el plano Z (Fig. 5.8a, c y e), y en el plano X (Fig. 5.8b, d y f). Después de 1 pasada se observa que, a pesar del cambio en la distribución del eutéctico y primario, la frontera entre ambos constituyentes permanece claramente

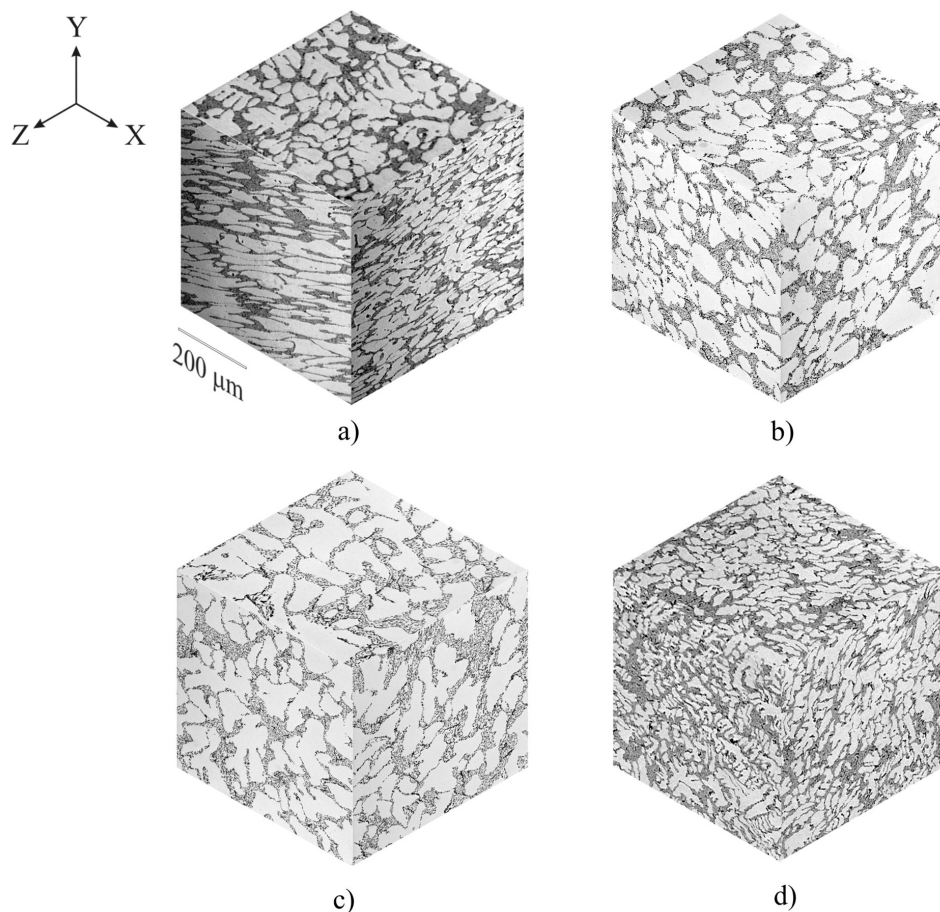


Fig. 5.7. Imágenes en perspectiva isométrica de la microestructura en muestras procesadas mediante ruta C tras a) 1, b) 2, c) 4 y d) 8 pasadas.

distinguible. Si se continúa el procesado por ruta A (Fig. 5.8c-f), se observa que los constituyentes se muestran más inclinados hacia el eje X y comprimidos en la dirección Y, como ya se vio en la Fig. 5.4, pero la frontera entre primario y eutéctico permanece distinguible y no hay evidencia de desplazamiento relativo de partículas de Si desde el eutéctico hacia el Al primario durante la deformación severa, incluso después de 8 pasadas.

En la Fig. 5.9 se muestran micrografías de los constituyentes eutéctico y primario en el plano Z de muestras sometidas a 4 (Fig. 5.9a) y 8 pasadas (Fig. 5.9b) mediante ruta B_C. Al igual que en las metalografías correspondientes a la

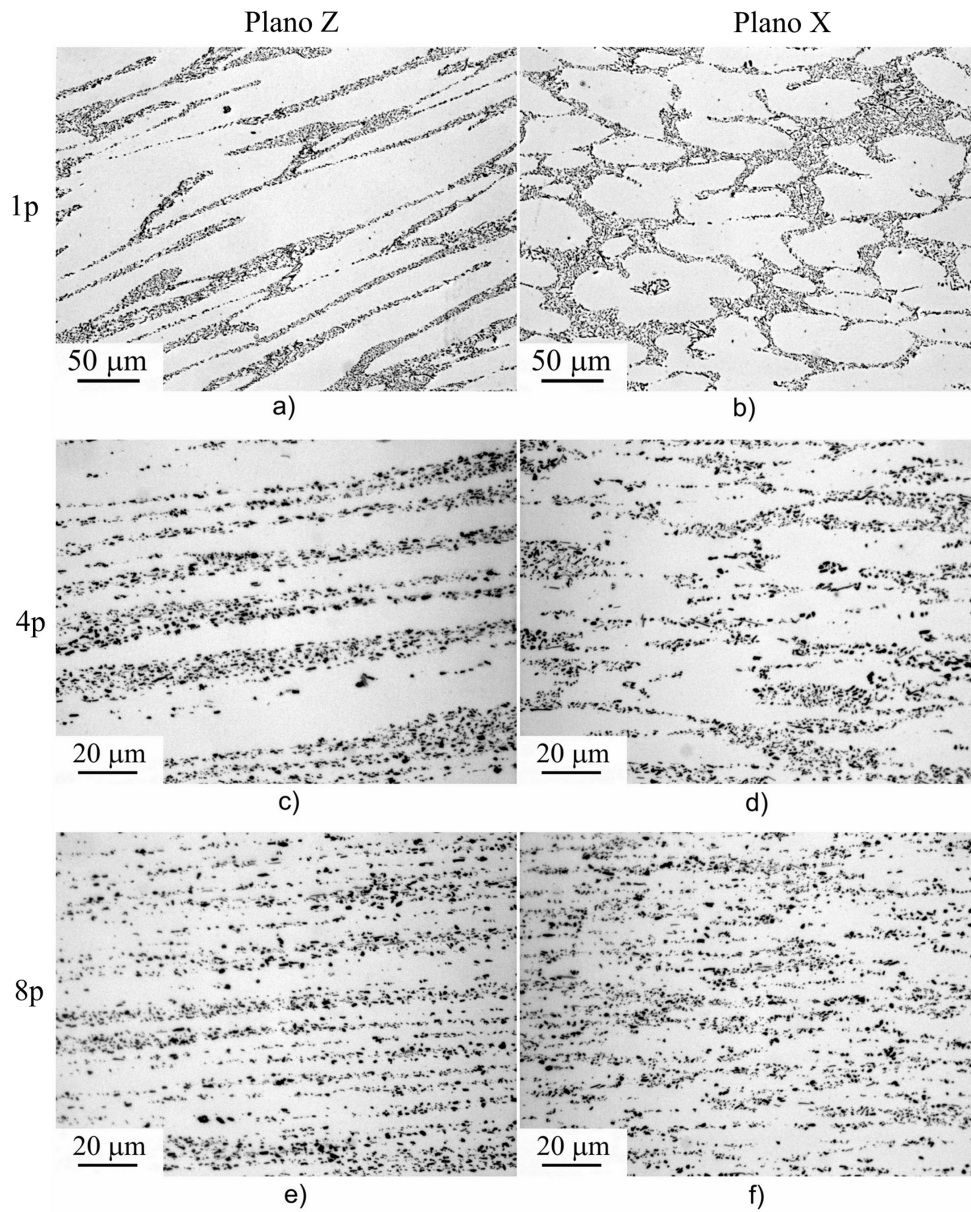


Fig. 5.8. Micrografías ópticas mostrando la microestructura de la aleación Al-7%Si procesada mediante ruta A después de a) 1 pasada en el plano Z; b) 1 p en el plano X; c) 4 p en el plano Z; d) 4 p en el plano X; e) 8 p en el plano Z b) 8 p en el plano X.

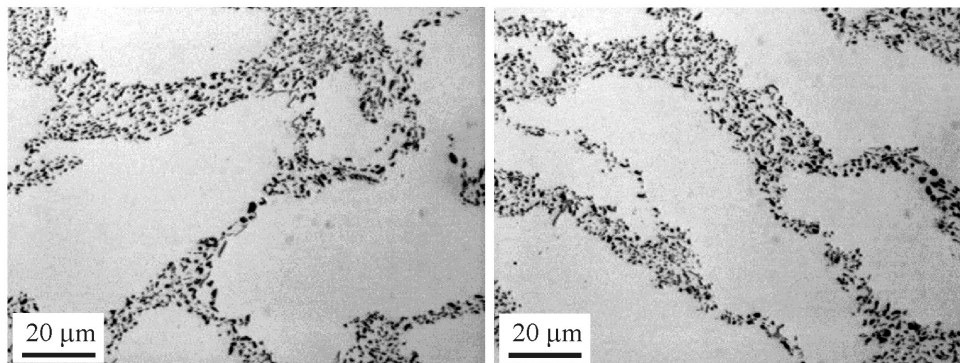


Fig. 5.9. Micrografías ópticas mostrando la microestructura de la aleación Al-7%Si procesada mediante ruta B_C tomadas en el plano Z después de a) 4 y b) 8 pasadas.

ruta A (Fig. 5.8), la frontera entre ambos constituyentes perdura distinguible y no hay evidencia de desplazamiento de partículas de Si desde sus posiciones en el eutéctico hacia el Al primario incluso después de 8 pasadas por ruta B_C.

Se han inspeccionado micrografías equivalentes en las otras rutas B_A y C, y el resultado es el mismo: la frontera entre los constituyentes primario y eutéctico permanece perfectamente distinguible.

5.2.1.3 Muestras de HPT

En la Fig. 5.10 se muestra la microestructura de las muestras procesadas mediante HPT a dos escalas. En las Fig. 5.10a y b se muestra la microestructura en la región central del disco HPT. Aunque están ligeramente distorsionados en forma de espiral, se distinguen claramente los constituyentes primario y eutéctico. En las Fig. 5.10c y d se muestra la microestructura en la región periférica de las muestras. No se distingue la separación entre constituyentes, y las partículas de Si originarias en el constituyente eutéctico aparecen distribuidas más homogéneamente que en el centro del disco. Es oportuno destacar que la distribución de partículas de Si eutéctico es más homogénea en las zonas periféricas, que son las más deformadas.

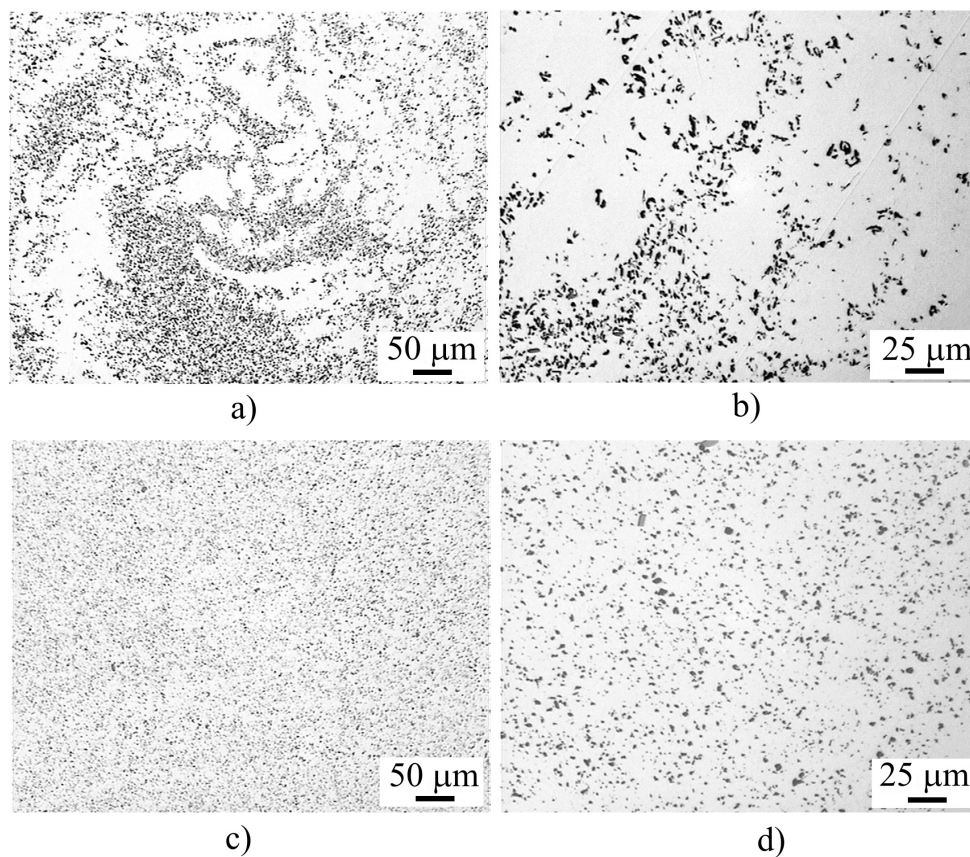


Fig. 5.10. Imágenes obtenidas por MO a dos escalas de muestras HPT, a y b) en el centro; c y d) en la periferia de los discos.

5.2.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

5.2.2.1 Material de partida

En la observación de celdas de dendrita de Al primario mediante MEB, lo único que se vio fue fase Al. No se observaron partículas de otras fases, en particular de Si, que sí se observan claramente en el interior de las celdas de dendrita en muestras procesadas.

En el constituyente eutéctico, para revelar la morfología de las partículas de Si fue necesario realizar un ataque químico profundo que disolviera el Al en la

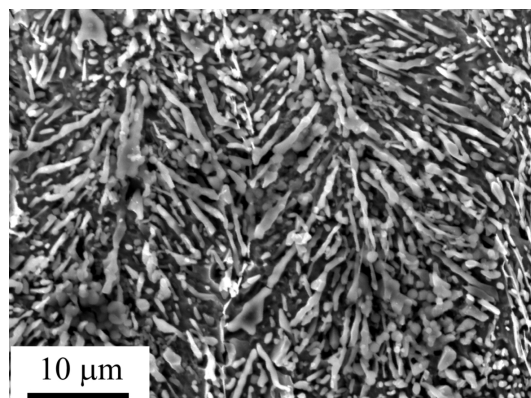


Fig. 5.11. Morfología del Si presente en el constituyente eutéctico

superficie. El resultado se muestra en la Fig. 5.11. Como consecuencia de la modificación con Na, el Si ha crecido en forma de fibra alargada en lugar de en forma de escamas, que es la morfología típica del Si en aleaciones de Al-Si no modificadas [134]. Se han realizado medidas de la longitud mayor, a_x , y menor, a_y , de acuerdo con el procedimiento de medida expuesto en el ap. 3.3.3. Sabiendo que las partículas de Si probablemente muestran un ángulo de inclinación con respecto al plano de observación, imposible de distinguir en las micrografías en dos dimensiones, las medidas de a_x y a_y se han asumido como representativas y clasificadas en histogramas en la Fig. 5.12. En ambos casos, los histogramas muestran una distribución extendida hacia tamaños grandes, desviándose de la distribución normal. Las distribuciones mostradas en la Fig. 5.12 son típicas de distribuciones lognormales. Teniendo en cuenta esta distribución, el valor representativo de las medidas, que es la media geométrica, se proporciona en la Tabla 5.3 junto con su intervalo de confianza.

5.2.2.2 Muestras de ECAP

5.2.2.2.1 Constituyente de Al primario

La Fig. 5.13 muestra la microestructura en el plano de observación Z del constituyente primario de muestras de colada procesadas por ECAP después de 1 pasada (Fig. 5.13a y b), 4 pasadas por ruta B_C (Fig. 5.13c y d) y 8 pasadas por ruta B_C (Fig. 5.13e y f). A lo largo de la descripción de las imágenes obtenidas por MEB aparecerán medidas de tamaños de (sub)grano, que se obtuvieron según el

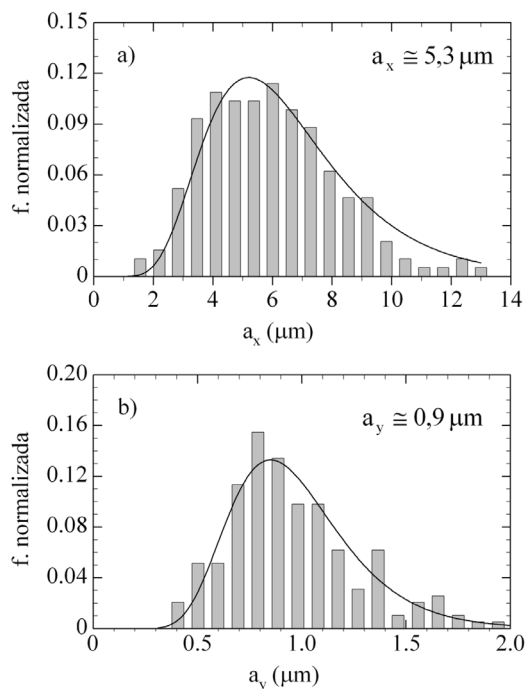


Fig. 5.12. Distribución de longitudes mayor (a_x) y menor (a_y) de las partículas de Si presentes en el constituyente eutéctico en la aleación Al-7%Si de partida.

Tabla 5.3. Dimensiones a_x y a_y de las partículas de Si. Se proporciona la media geométrica de las medidas (μ_g), y el intervalo de confianza correspondiente a una distribución lognormal [$\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g$].

Longitud	μ_g	$[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$
a_x	5,27	3,37 – 8,19
a_y	0,90	0,60 – 1,35

procedimiento de medida expuesto en el ap. 3.3.3 y se muestran en la Tabla 5.4. Las Fig. 5.13a, c y e, que son imágenes obtenidas con electrones secundarios, muestran la aparición de precipitados de Si de pequeño tamaño (de color blanco) que no estaban presentes en el constituyente primario de la muestra de partida. Estos precipitados pequeños de Si se muestran más uniformemente distribuidos a

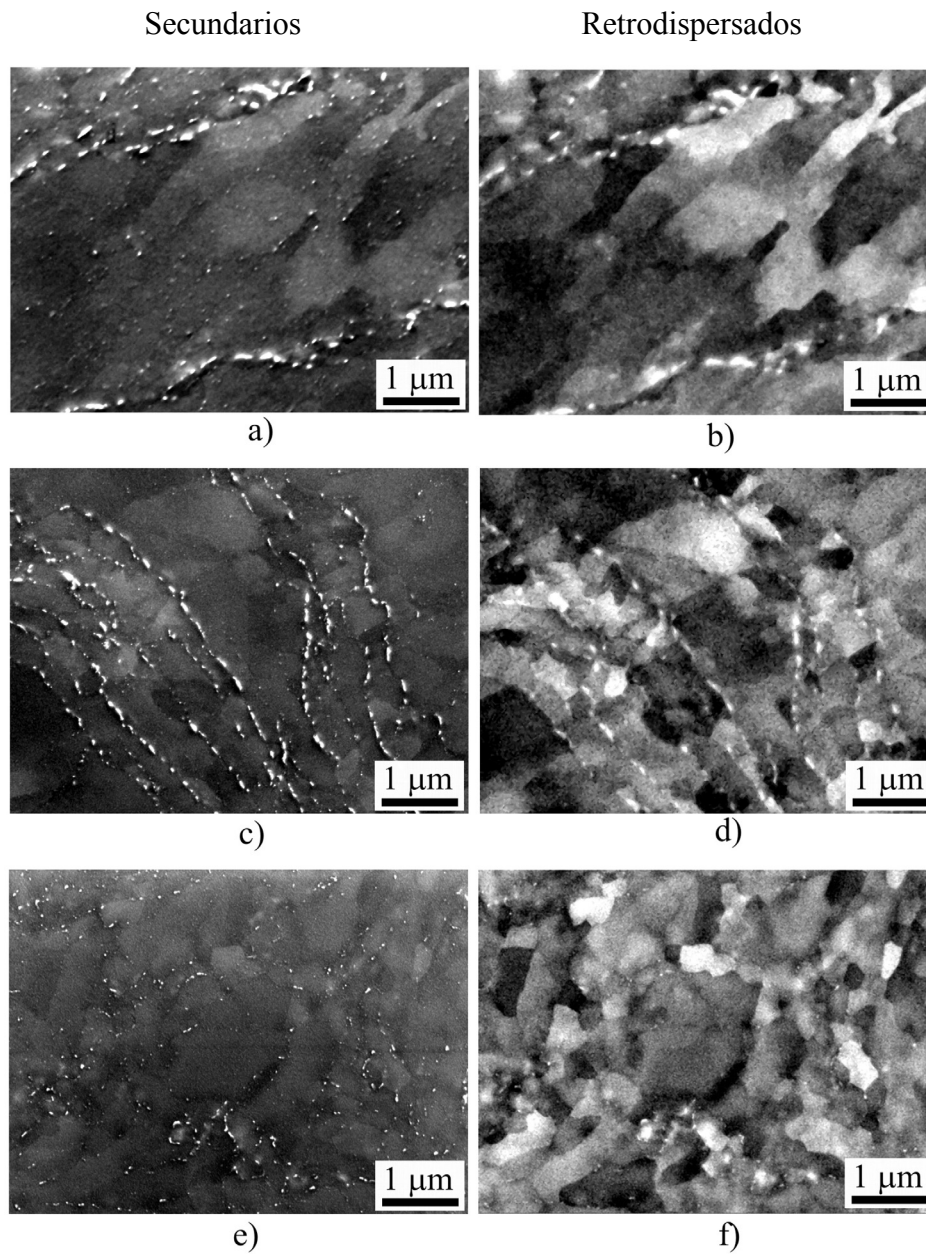


Fig. 5.13. Imágenes obtenidas por MEB en el plano Z mediante electrones secundarios (a,c y e) y retrodispersados (b,d y f) de la microestructura en el Al primario de las muestras de colada procesadas por ECAP hasta , a y b) 1 pasada; c y d) 4 pasadas por ruta B_C; e y f) 8 pasadas por ruta B_C.

medida que se produce deformación. Las Fig. 5.13b, d y e, sus imágenes correspondientes en modo electrones retrodispersados, muestran que a medida que se realizan pasadas, el Al primario se afina. Después de la primera pasada (Fig. 5.13b), la microestructura consiste principalmente de estructuras de grano alargadas formando un ángulo de inclinación de $\sim 45^\circ$. Después de 4 pasadas por ruta B_C, casi toda la microestructura está compuesta por (sub)granos de tamaño $\sim 0,51 \mu\text{m}$ en las zonas donde se observa mayor densidad de precipitados de Si en la imagen de electrones secundarios. Además, como se muestra en la (Fig. 5.13d), se observan algunas zonas libres de precipitados de Si en las que el tamaño de (sub)grano es mayor. Después de 8 pasadas (Fig. 5.13f), se observan (sub)granos más equiaxiales de un tamaño de $\sim 0,49 \mu\text{m}$, y una distribución más uniforme de precipitados pequeños de Si. En los tres casos se observa que las partículas de Si se localizan principalmente en las fronteras de (sub)grano.

En la Fig. 5.14 se muestra el mismo tipo de composición que en la figura anterior en el caso de las muestras Q y S sometidas a 4 pasadas por ruta B_C. La diferencia entre ambas muestras es clara. En las imágenes de electrones secundarios (Fig. 5.14a y c), se observa mayor presencia de precipitados de Si en la muestra Q que en la muestra S. Además, hay una gran diferencia en el tamaño final de (sub)grano. La muestra Q (Fig. 5.14b) presenta una estructura de (sub)grano ligeramente alargada en la dirección de cizalla con un tamaño medio de $\sim 0,65 \mu\text{m}$. Sin embargo, la muestra S está compuesta de (sub)granos más equiaxiales y grandes ($\sim 0,9 \mu\text{m}$) que las muestras Q (Fig. 5.14a y b) y la de colada, C, sometidas igualmente a 4pB_C (Fig. 5.14c y d). Es oportuno adelantar que la diferencia entre la muestra S, y las muestras Q y C, se halla en que en la muestra S había menor fracción de Si en solución sólida en el Al primario antes del procesado por ECAP debido al enfriamiento lento.

En la Fig. 5.15 se muestra el mismo tipo de composición que las Figs. 5.13 y 14 para el caso de la muestra procesada hasta 8 pasadas por ruta A. En la imagen de electrones secundarios (Fig. 5.15a) se observan precipitados pequeños de Si, en este caso alineados formando un pequeño ángulo positivo con la dirección X. La imagen de retrodispersados (Fig. 5.15b) revela una estructura de (sub)grano alargada en la misma dirección que la alineación de los precipitados de Si. Las dimensiones medias de los (sub)granos alargados son $0,29 \times 0,8 \mu\text{m}^2$, con una relación de aspecto media de $\sim 2,7$. Comparando ambas imágenes, se observa que, al igual que por ruta B_C (Fig. 5.13), los precipitados de Si se encuentran principalmente en las fronteras de (sub)grano.0

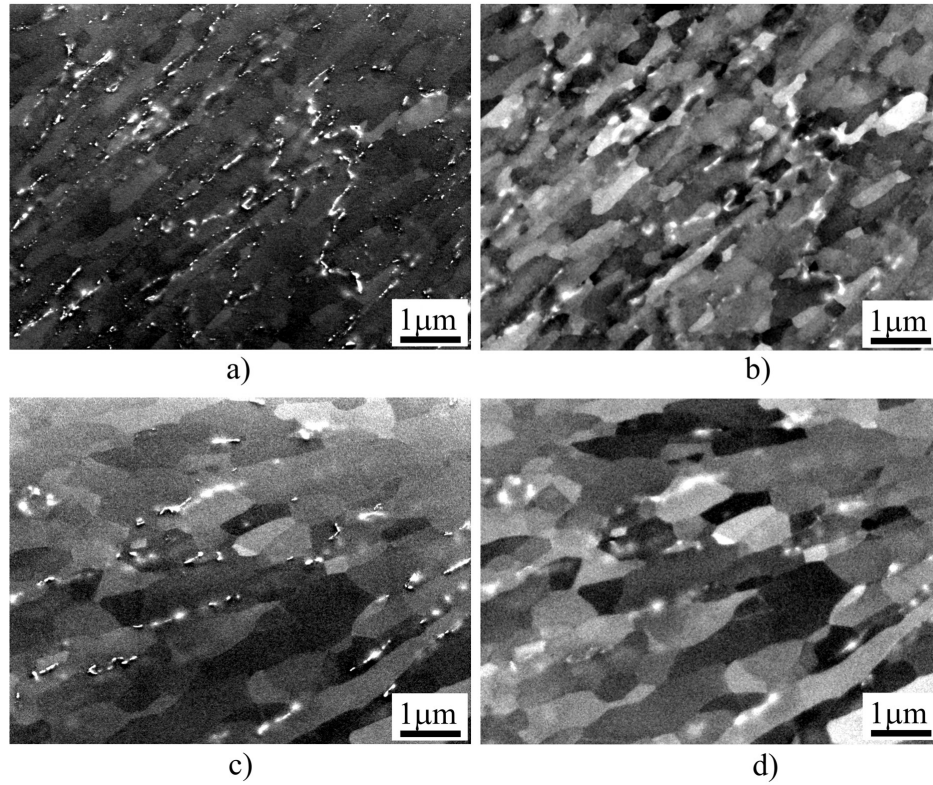


Fig. 5.14. Imágenes obtenidas por MEB en el plano Z mediante electrones secundarios (a y c) y retrodispersados (b y d) de la microestructura de las muestras Q y S procesadas por ECAP hasta 4 p B_C: a y b) muestra Q; c y d) muestra S.

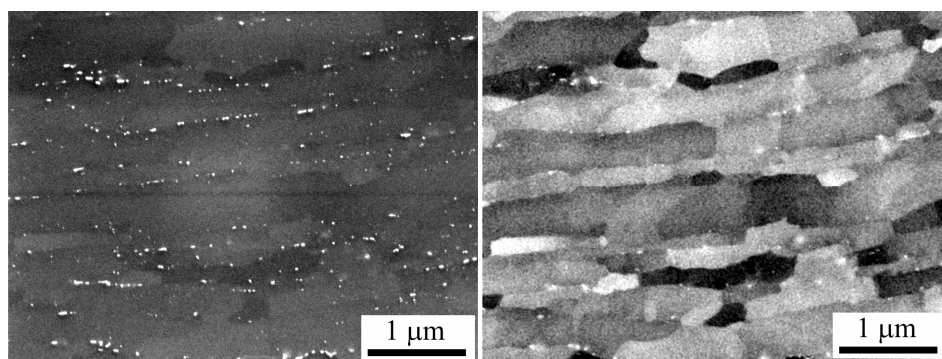


Fig. 5.15. Imágenes obtenidas por MEB del constituyente primario en el plano Z de la muestra 8pA mediante electrones a) secundarios; b) retrodispersados.

Tabla 5.4. Tamaño de grano en el Al primario de muestras de colada, Q y S procesadas por ECAP medido a partir de imágenes de MEB por electrones retrodispersados. Se proporciona la media geométrica de las medidas (μ_g), y el intervalo de confianza correspondiente a una distribución lognormal [$\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g$].

Muestra	L (μm)	
	μ_g	$[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$
colada 4pB _C	0,51	0,40 - 0,61
Q	0,64	0,52 - 0,80
S	0,89	0,72 - 1,09
colada 8p B _C	0,49	0,42 - 0,57

5.2.2.2.2 Constituyente eutéctico

En el constituyente eutéctico, como se puede distinguir en la Fig. 5.8, se fragmentan las partículas presentes debido al procesado. En la Fig. 5.16 se muestran micrografías obtenidas por MEB de regiones del eutéctico donde se ha realizado un ataque profundo en probetas sometidas a 1 pasada (Fig. 5.16a) y 8 pasadas por ruta A (Fig. 5.16b). Las partículas del constituyente eutéctico, Si y Al₅FeSi, comienzan a fragmentarse desde la primera pasada y continúan fragmentándose a medida que se aumenta la deformación. Para estimar la disminución de tamaño de las partículas de Si se realizaron medidas de las dimensiones mayor, a_x , y menor, a_y , de alrededor de 350 fragmentos de las muestras 1p, 4pA y 8pA, según el procedimiento de medida expuesto en el ap. 3.3.3. No se han encontrado diferencias en las dimensiones de los fragmentos pertenecientes a muestras procesadas por otras rutas. Tras 8 pasadas, cualquiera que fuese la ruta de procesado, las dimensiones de los fragmentos era la misma. En la Fig. 5.17 se agruparon las dimensiones a_x y a_y en histogramas, que muestran una distribución lognormal característica de procesos de fragmentación. La dimensión mayor a_x disminuye drásticamente desde valores medios de $\sim 5,3 \mu\text{m}$ (Figs. 5.11 y 12) hasta $\sim 1,2 \mu\text{m}$ tras 8 pasadas. La dimensión menor, a_y , disminuye más lentamente hasta $\sim 0,6 \mu\text{m}$. El resultado de las medidas se muestra en la Tabla 5.5.

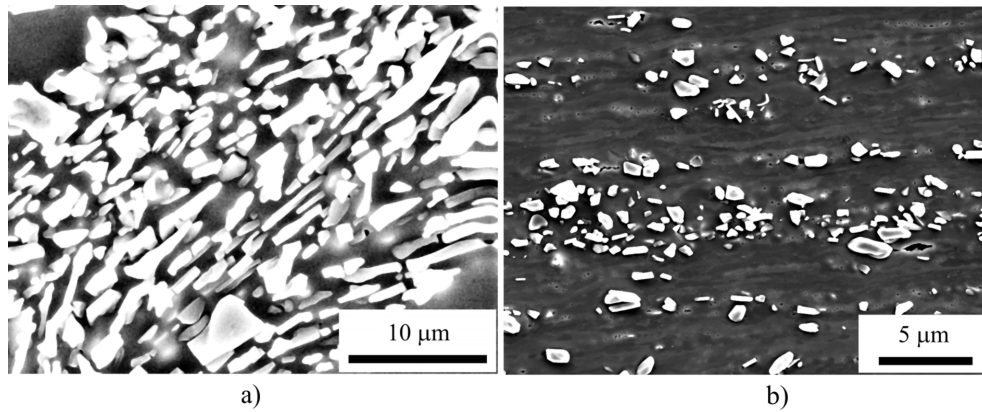


Fig. 5.16. Fragmentación de las partículas presentes en el eutéctico durante el procesado.
a) 1 pasada b) 8 pasadas mediante ruta A

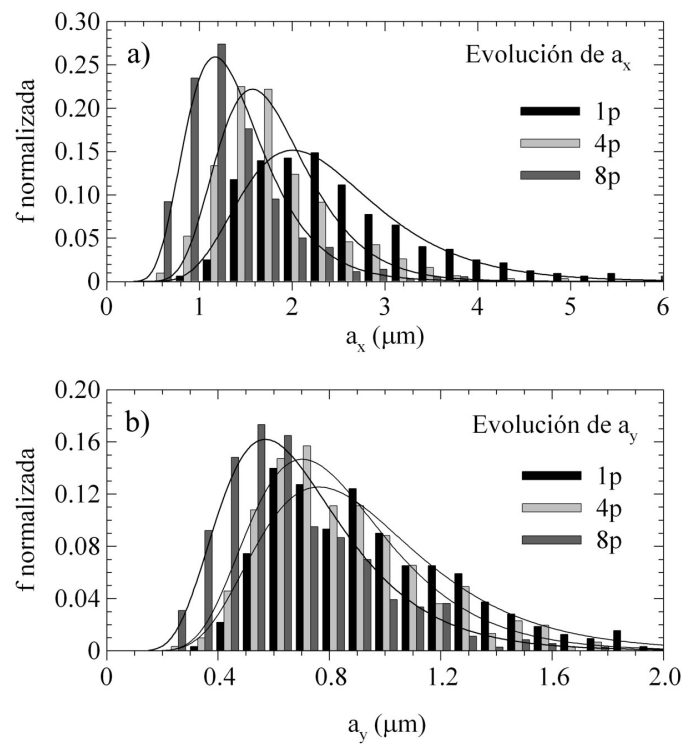


Fig. 5.17. Distribución de dimensiones mayor (a_x) y menor (a_y) de las partículas de Si presentes en el constituyente eutéctico en la aleación sujeta a 1, 4 y 8 pasadas por ruta A.
a) evolución de a_x ; b) evolución de a_y .

Tabla 5.5. Dimensiones a_x y a_y de los fragmentos de Si en función del número de pasadas (N). Se proporciona la media geométrica de las medidas (μ_g), y el intervalo de confianza correspondiente a una distribución lognormal. $[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$

N	a_x (μm)		a_y (μm)	
	μ_g	$[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$	μ_g	$[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$
0	5,27	3,37 - 8,19	0,90	0,60 - 1,35
1	2,21	1,49 - 3,3	0,85	0,58 - 1,26
4	1,57	1,08 - 2,28	0,76	0,52 - 1,09
8	1,05	0,76 - 1,43	0,63	0,45 - 0,89

5.2.2.3 Muestras de HPT

Las muestras procesadas por HPT fueron examinadas por MEB. En la Fig. 5.18 se muestra el aspecto de las partículas de Si después del procesado en una zona localizada en la periferia del disco HPT. Al ser equiaxiales, se obtuvo directamente el diámetro equivalente de las partículas, $D=3,9 \mu\text{m}$. Algunas partículas aparecen fragmentadas, pero si se compara su tamaño con los del material de partida, se concluye que las partículas han crecido y adoptado una morfología más equiaxial durante el procesado por HPT. Este efecto es indicativo de un aumento de la temperatura durante el procesado.

En la Fig. 5.19 se muestran dos imágenes de la misma zona de la muestra, localizada en la periferia del disco HPT, a mayores aumentos que la Fig. 5.18. Se muestra la matriz de Al cercana a 2 partículas de Si (a la izquierda de la imagen) en modo de electrones secundarios (Fig. 5.19a) y la misma en modo electrones retrodispersados (Fig. 5.19b). Se distinguen dos regiones claramente diferenciadas, cuyos tamaños de grano se proporcionan en la Tabla 5.6. En la región alejada de las partículas de Si (en la parte derecha de Fig. 5.19a y b) hay presencia de Si precipitado durante el procesado, y el tamaño de grano correspondiente es de $0,41 \mu\text{m}$, más pequeño que en las muestras de ECAP sometidas a 8 pasadas. En cambio, en la región que rodea la partícula de Si en la parte superior-izquierda de la imagen hay ausencia de precipitación de Si. En dicha zona el tamaño de grano es $0,7 \mu\text{m}$. En la Fig. 5.19c se muestra la estructura de (sub)grano característica de las zonas con presencia de precipitados de Si a mayor escala que en la Fig. 5.19b.

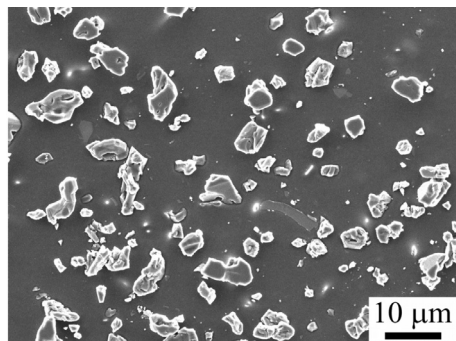


Fig. 5.18. Imagen obtenida mediante MEB en una zona localizada en la periferia del disco de HPT de Al-7%Si.

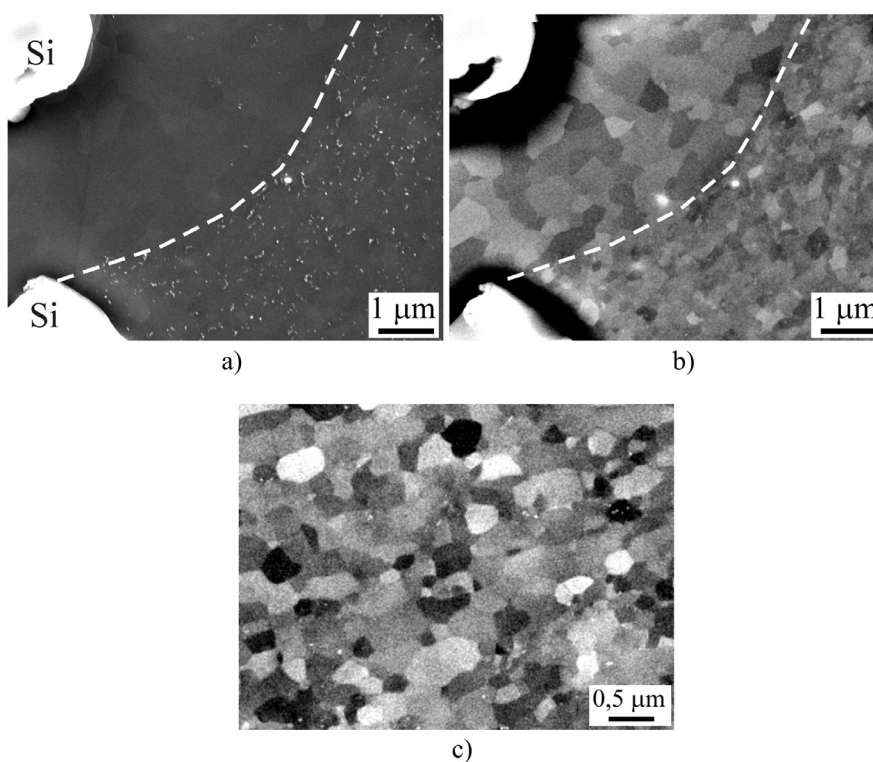


Fig. 5.19. Imágenes de la matriz de Al obtenidas mediante MEB de una zona localizada en la periferia de un disco de HPT de Al-7%Si en modo a) electrones secundarios; b) electrones retrodispersados. c) Imagen en modo electrones retrodispersados de la estructura de (sub)grano en la zona con presencia de precipitados de Si.

Tabla 5.6. Tamaño de grano del Al en las zonas próximas y alejadas de partículas de Si eutéctico en las muestras de colada procesadas por HPT. Se midieron a partir de imágenes de MEB por electrones retrodispersados. Se proporciona la media geométrica de las medidas (μ_g), y el intervalo de confianza correspondiente a una distribución lognormal $[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$.

Zona	L (μm)	
	μ_g	$[\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g]$
Próximas	0,70	0,58 – 0,84
Alejadas	0,41	0,34 - 0,48

5.2.3 Análisis por EBSD del Al primario

5.2.3.1 Material de partida

En la Fig. 5.20 se muestra un mapa de orientaciones representativo de la aleación en estado de colada. El constituyente eutéctico aparece en color negro ya que la superficie de pulido resultó irregular al quedar las partículas de Si en relieve, y no fue posible la obtención de buenos patrones de Kikuchi para su identificación. Se distinguen las celdas de dendrita de Al primario coloreadas según su orientación cristalográfica con respecto a la leyenda en forma de figura inversa de polos del Al incluida en la Fig. 5.20. La variedad de colores que exhiben las celdas de dendrita y la uniformidad de color en el interior de cada una son indicativos de que han solidificado sin orientación preferente (textura) y que están libres de deformación al no observarse subgranos en su interior.

5.2.3.2 Muestras de ECAP

En la Fig. 5.21 se muestran los resultados de microtextura del material procesado por rutas A, hasta 4 pasadas, y B_C, hasta 8 pasadas. Al igual que en las imágenes tridimensionales de MO (Figs. 5.4-7) los mapas de microtextura se muestran como imágenes en perspectiva isométrica. En cada cara de los cubos se muestra un mapa de orientaciones con dimensiones $25 \times 25 \mu\text{m}^2$ correspondiente a una celda de dendrita elegida al azar en cortes paralelos a los planos de referencia

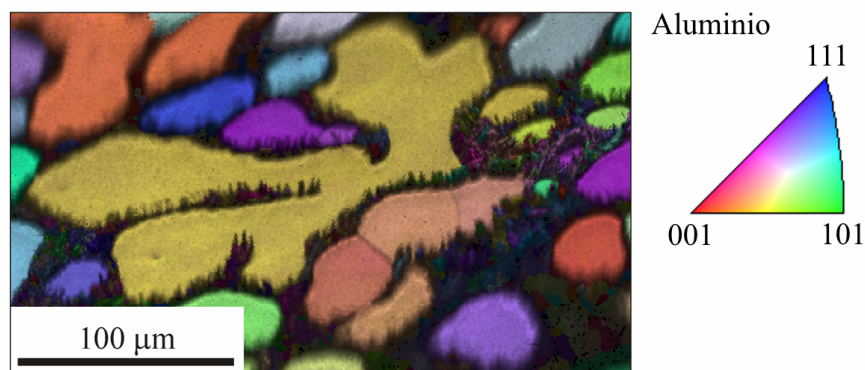


Fig. 5.20. Mapa de orientaciones característico de la microestructura de colada de la aleación Al-7%Si.

X, Y y Z de las probetas procesadas. Cada orientación cristalográfica se identifica con un color según la leyenda en forma de figura inversa de polos del Al. Las fronteras de grano de alto ángulo ($>15^\circ$), HABs, se identifican con líneas negras de trazo grueso; y las de bajo ángulo ($2-15^\circ$), LABs, con líneas negras de trazo fino. Además, acompañando a cada imagen isométrica, se ha añadido la figura de polos (111) que ilustra la microtextura registrada en los mapas realizados en el plano Z.

Después de la primera pasada (Fig. 5.21a) se observa predominio de un color en cada uno de los planos X, Y y Z, lo que indica que en este estado de deformación la microestructura en el interior de las dendritas de Al primario esta formada principalmente por celdas de dislocaciones y subgranos. Las fronteras de grano son fundamentalmente de bajo ángulo. En el plano Z las fronteras de grano aparecen inclinadas con respecto al eje X unos 50° en el sentido opuesto a las agujas del reloj. En los planos X e Y, las fronteras de grano se muestran paralelas al eje Z. La figura de polos (111) confirma que la celda de dendrita observada adquirió una orientación de textura de cizalla correspondiente a la orientación A_1 de la fibra A.

Después de cuatro pasadas mediante ruta A (Fig. 5.21b), las celdas de dendrita del Al primario se han alargado y contienen estructuras alargadas separadas por fronteras de grano tanto de bajo como de alto ángulo. En el plano Z, dichas fronteras aparecen inclinadas $5-10^\circ$ con el eje X. En los planos X e Y las fronteras de grano aparecen, al igual que en la primera pasada, paralelas al eje Z. Se ve que la fracción de HABs en el plano Y es menor que en los planos X y Z.

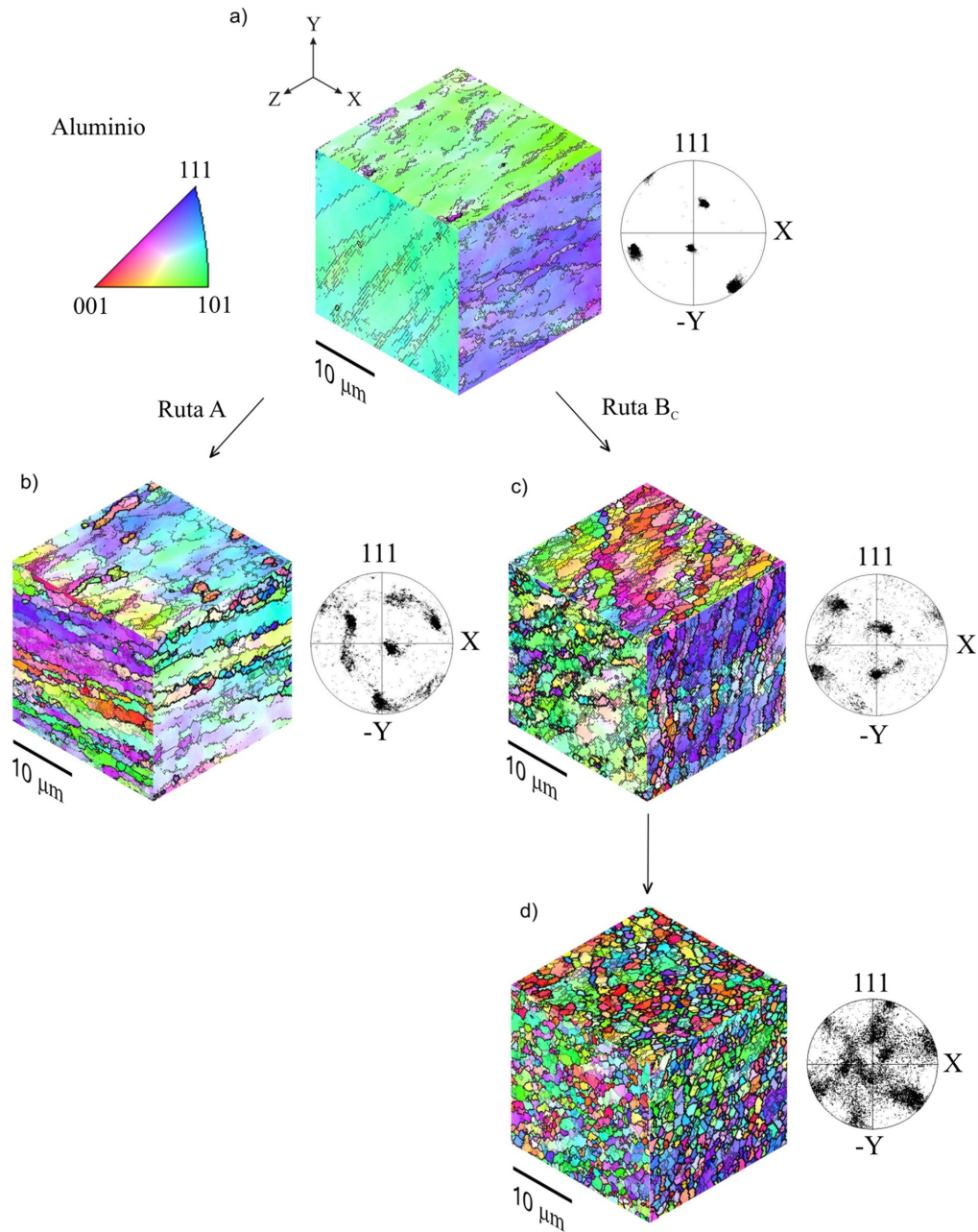


Fig. 5.21. Imágenes en perspectiva isométrica formadas con mapas de orientaciones de muestras a) 1p, b) 4pA, c) 4pB_C y d) 8pB_C. En cada caso se adjunta la figura de polos (111) correspondiente al mapa de orientaciones obtenido en el plano Z.

La figura de polos (111) correspondiente al plano Z indica una textura de cizalla compuesta principalmente por dos variantes gemelas B_1 y B_2 de la fibra B. Debido a la reducción de espesor de las dendritas después de 8 pasadas por ruta A, y a la sombra causada por las partículas de Si, no fue posible realizar un pulido adecuado para la obtención de mapas de orientaciones en celdas de dendrita del Al primario.

La Fig. 5.21c muestra la imagen isométrica correspondiente a la muestra de colada que recibió 4 pasadas por ruta B_C. Los ejes X, Y y Z corresponden a los de la última pasada. En comparación con la muestra procesada por ruta A hasta 4 pasadas (Fig. 5.21b), aparece más fragmentada e isótropa. La subdivisión de la microestructura se observa en las bandas de color en los tres planos, bandas que están alineadas respecto al sistema X, Y y Z de forma diferente al caso de ruta A. En el plano Z, las bandas se alinean formando un ángulo con el eje X alrededor de 50° en el sentido opuesto a las agujas del reloj; en el plano X, se pueden distinguir bandas aproximadamente paralelas y perpendiculares al eje Z. En el plano Y, forman un ángulo con el eje X alrededor de 45° en el sentido de las agujas del reloj. Se encuentran fronteras de grano de bajo y alto ángulo en los tres planos X, Y y Z. Finalmente, la figura de polos (111) correspondiente al plano Z muestra una orientación prominente A_1 y una orientación incipiente que se corresponde con la componente C, ambas orientaciones de cizalla.

La Fig. 5.21d muestra la imagen isométrica correspondiente a la muestra que recibió 8 pasadas por ruta B_C. La microestructura resultante en el Al primario es más isótropa que la muestra de 4 pasadas y exhibe mayor fracción de HABs, en los tres planos X, Y y Z. La figura de polos (111) muestra una textura distribuida en la fibra A en vez de concentrada en orientaciones discretas como en los casos anteriores (Fig. 5.21a-c).

En las Figs. 5.22-24 se proporciona más información sobre la evolución de la textura en función de la ruta de procesado. Son imágenes de EBSD a menores aumentos que en la Fig. 5.21 que muestran la microtextura de varias celdas de dendrita en muestras procesadas hasta 1 (Fig. 5.22) y 4 pasadas mediante ruta A (Fig. 5.23) y B_C (Fig. 5.24). En el apartado a) de las Figs. 5.22-24 se muestra un mapa de desorientaciones y su figura de polos (111) correspondiente. Las regiones negras de los mapas son puntos no identificados y se corresponden principalmente con las regiones de constituyente eutéctico. En el apartado b) de las Figs. 5.22-24 aparecen los mismos mapas mostrando las orientaciones de cizalla prominentes acorde a la codificación de colores de las orientaciones de cizalla proporcionada

en la Tabla 2.3. Junto con el mapa, aparecen las ventanas $\Phi = 55^\circ$ y 90° del espacio de Euler en las que se han identificado las orientaciones de cizalla prominentes. Los mapas han sido codificados asignando un color a cada orientación de cizalla con una tolerancia de 15° .

En la Fig. 5.22 se observan tres celdas de dendrita en el plano Z de la muestra sujeta a 1 pasada. Si bien, según se observa en las ventanas del espacio de Euler, la orientación final de las celdas de dendrita no coincide, éstas tienden a adoptar orientaciones de textura de cizalla, las cuales dependen, en cada caso, de la orientación inicial. En la Fig. 5.22b cabe diferenciar las celdas de dendrita

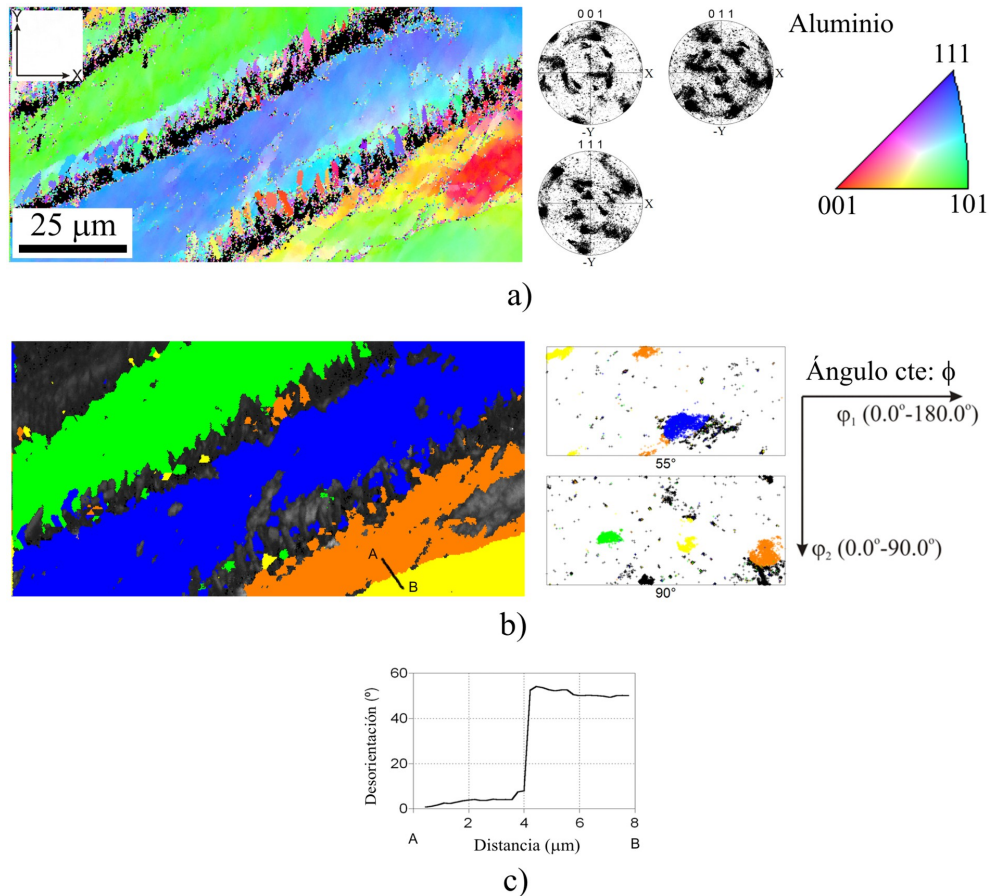


Fig. 5.22. Análisis de la microtextura de la muestra 1p. a) Mapa de orientaciones y figuras de polos en el plano Z; b) Mapa codificado mostrando orientaciones de cizalla con sus correspondientes ventanas $\phi=55$ y 90° en el espacio de Euler.

localizadas en la parte superior y central de la imagen, de color verde y azul respectivamente, de la celda localizada en la parte inferior. Las dos primeras han adoptado enteramente una orientación de cizalla, que son la componente C (color verde) y orientación B_2 (color azul), perteneciente a la fibra B. La celda de dendrita localizada en la parte inferior de la imagen muestra 2 orientaciones de cizalla A_1 (naranja) y A_2 (amarillo). Ambas orientaciones son variantes gemelas de la fibra A, y, como consecuencia, la frontera entre las dos regiones es de ángulo alto (Fig. 5.22c).

Según se observa en la Fig. 5.23, tras 4 pasadas mediante ruta A, las celdas de dendrita se han alargado y muestran una inclinación respecto al eje X de $\sim 7^\circ$. Algunas de las celdas de dendrita se han subdividido de modo que muestran alternancia de bandas alargadas orientadas según dos orientaciones de cizalla simétricas. Por ejemplo, la celda localizada en la parte inferior de la imagen (Fig. 5.23b) muestra alternancia de dos variantes gemelas A_1 y A_2 de la fibra A (en color naranja y amarillo). Similarmente, la celda localizada en la parte superior de la imagen muestra bandas alternas orientadas según dos variantes gemelas B_1 y B_2 de la fibra B (en colores rojo y azul). Sin embargo, no todas las celdas de dendrita siguen ese patrón. En otras, como la celda localizada en el centro de la imagen (color rojo en la Fig. 5.23b) correspondiente a la orientación B_1 , adopta enteramente una orientación de cizalla. En estos casos, la naturaleza de las fronteras de grano generados en su interior es de ángulo bajo.

Por último, después de 4 pasadas mediante ruta B_C (Fig. 5.24) no hay alteración de la forma original de las celdas de dendrita. En su interior se distinguen bandas con orientaciones de textura de cizalla que están alineadas a $\sim 45^\circ$ con el eje X. En la Fig. 5.24b se distingue un patrón alterno de dos orientaciones de cizalla, la orientación B_2 (azul) perteneciente a la fibra B, y la orientación A_2 (amarilla) perteneciente a la fibra A. Al pertenecer a fibras distintas no son variantes gemelas. Es más, la figura de polos (111) y las ventanas $\Phi=55$ y 90° del espacio de Euler muestran una dispersión más o menos continua de orientaciones a lo largo de las dos fibras A y B y no dos orientaciones claramente diferenciables como en el caso de algunas celdas de dendrita procesadas mediante ruta A (Fig. 5.23).

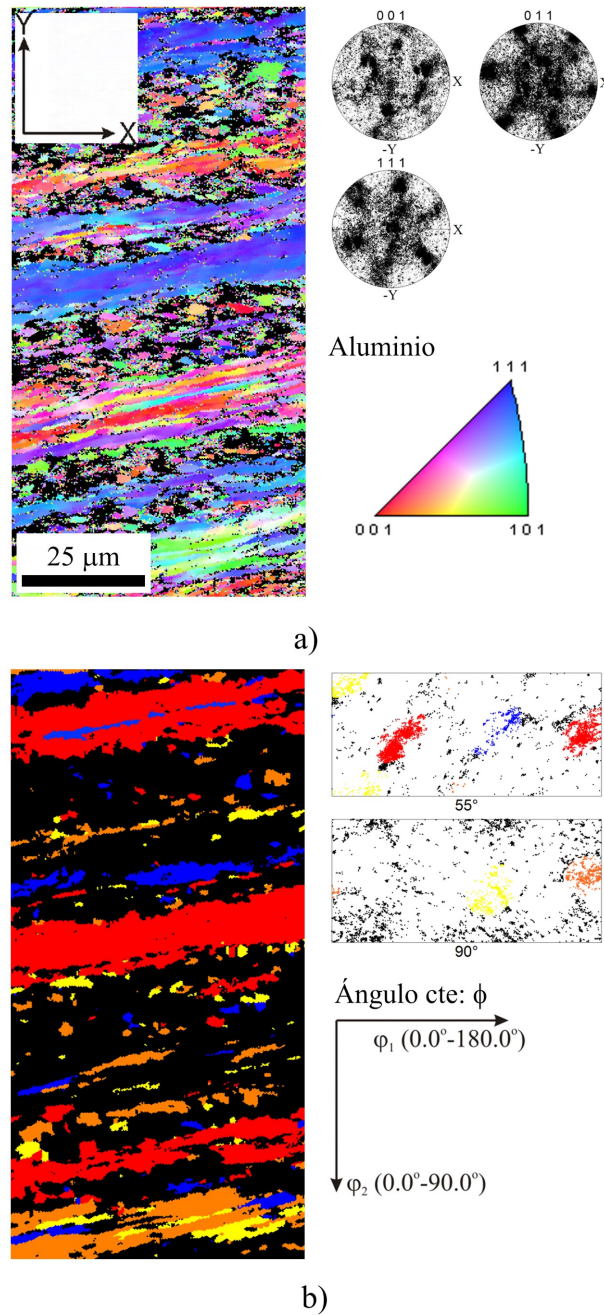


Fig. 5.23. Análisis de la microtextura de la muestra 4pA. a) Mapa de orientaciones y figuras de polos en el plano Z; b) Mapa codificado mostrando orientaciones de cizalla con sus correspondientes ventanas $\phi=55$ y 90° en el espacio de Euler.

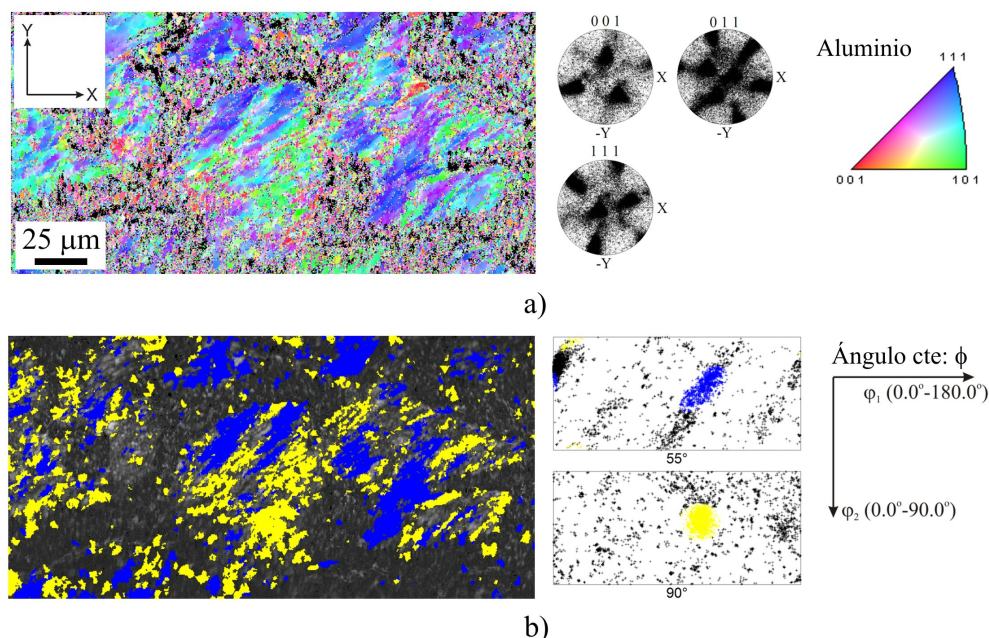


Fig. 5.24. Análisis de la microtextura de la muestra 4pB_C. a) Mapa de orientaciones y figuras de polos en el plano Z; b) Mapa codificado mostrando orientaciones de cizalla con sus correspondientes ventanas $\phi=55$ y 90° en el espacio de Euler.

5.2.4 Microscopía electrónica de transmisión (MET)

En la Fig. 5.25 se muestra la estructura de grano en el Al primario en las muestras de colada tras 8 pasadas por ruta B_C (Fig. 5.25a) y ruta A (Fig. 5.25b). Las imágenes se obtuvieron por MET en el plano Z con el eje de extrusión (eje X) apuntando hacia la derecha de la imagen. Como se mostró en las imágenes obtenidas por MEB (Fig. 5.13f y Fig. 5.15b), tras 8 pasadas por ruta B_C (Fig. 5.25a), la morfología de los (sub)granos es principalmente equiaxial, mientras que por ruta A es alargada casi paralela a la dirección de extrusión.

En la Fig. 5.26 se muestra a mayor escala un detalle de una frontera entre dos granos en la muestra 8pA. Esta imagen fue obtenida con el fin de mostrar los precipitados de Si que aparecen en el Al primario en las muestras de colada procesadas. En la frontera de grano (FG) se observan precipitados de Si de un tamaño de 20-30nm, indicados con flechas blancas. Estos precipitados corresponden a los observados en las fronteras de grano en las imágenes de electrones secundarios obtenidas por MEB. En el interior de los granos se pueden

observar precipitados, indicados por flechas negras, de menor tamaño (5-10 nm) que los precipitados de las fronteras. Estos precipitados son demasiado pequeños para poder observarlos por MEB.

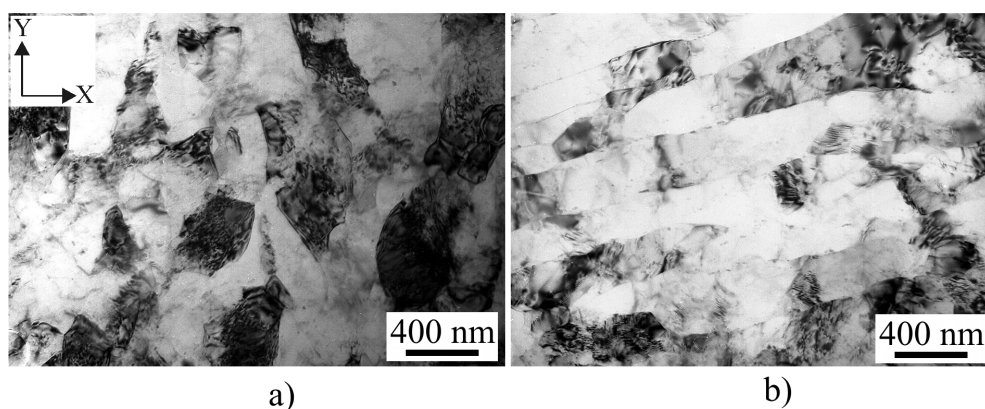


Fig. 5.25. Imágenes obtenidas por MET en el plano Z mostrando la estructura de grano en el Al primario en las muestras de colada tras 8 pasadas por ruta a) B_C y b) A.

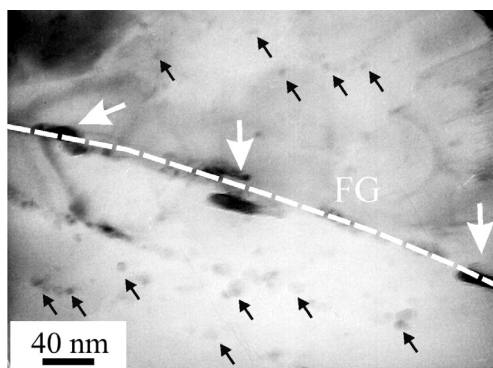


Fig. 5.26. Detalle de una región de Al primario en una muestra de colada 8pA alrededor de una frontera de grano. En la imagen aparecen precipitados de Si de dos tamaños.

5.2.5 Dureza Vickers

En la Tabla 5.7 se proporcionan los valores de dureza Vickers, HV, medidos en el interior de celdas de dendrita de muestras procesadas por ECAP. Se tuvo cuidado en realizar las huellas de dureza en el interior de celdas de dendrita, para evitar que el constituyente eutéctico influyese en las medidas. A tal efecto, la carga empleada en el microdurómetro fue de 10 g. Se realizaron un total de 20 huellas en cada condición, siendo la desviación estándar del conjunto de las medidas, el error mostrado en la Tabla 5.7

Por un lado, la tabla muestra la evolución de HV de la aleación de partida con el número de pasadas por ruta B_C. Se observa un aumento de HV a medida que aumenta N, siendo el incremento de HV del 80% después de 8 pasadas.

Por otro lado, en la tabla se compara la dureza de las muestras Q y S con la muestra de colada antes y después del procesado 4pB_C. En el caso de las muestras iniciales Q, S y la muestra de colada, se observa que ésta es más dura que Q y S. En las muestras procesadas, la dureza es mayor en la muestra de colada, seguida de la muestra Q y por último la S, que muestra un valor de HV ligeramente superior al del Al puro sujeto al mismo procesado [22].

5.2.6 Ensayos de tracción a temperatura ambiente

5.2.6.1 Curvas de tensión-deformación

Se ensayaron muestras de partida de la aleación Al-7% Si y muestras procesadas mediante las rutas A, B_A, B_C y C desde 1 a 8 pasadas de ECAP. Los ensayos fueron realizados a una velocidad de deformación constante, $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ s}^{-1}$, y

Tabla 5.7. Dureza Vickers en el constituyente primario de las muestras de colada, Q y S en estados inicial y procesado por ruta B_C. Las huellas de dureza se realizaron en el plano de observación Z en todos los casos.

Condición	Inicial	1 pasada	4 pasadas	8 pasadas
Al-7%Si de colada	42 ± 2	62 ± 3	72 ± 3	75 ± 3
540°C 20h + templado en agua (Q)	37 ± 1		62 ± 2	
540°C 20h + enfriamiento lento (S)	34 ± 2		46 ± 2	

las curvas σ - ϵ se obtuvieron mediante el procedimiento explicado en el ap. 3.4.2.1. La curva de tracción característica de la muestra de partida junto con las curvas representativas de las probetas procesadas se muestran en las Fig. 5.27 para cada ruta de procesado.

Los valores de límite elástico y tensión máxima de la probeta de Al-7%Si de partida son $\sigma_{0,2} \cong 95$ MPa y $\sigma_{\max} \cong 158$ MPa, respectivamente. En las muestras procesadas, ambos $\sigma_{0,2}$ y σ_{\max} son mayores que en la de partida, y, tras 8 pasadas, se alcanza un valor máximo de $\sigma_{0,2} \cong 215$ MPa y $\sigma_{\max} \cong 245$ MPa independientemente de la ruta de procesado. En todas las rutas, $\sigma_{0,2}$ y σ_{\max} aumentan con el número de pasadas realizadas, N , aumentando más rápidamente en las primeras pasadas y más lentamente entre la 4ª y la 8ª pasada.

La deformación a fractura, ϵ_F , de las probetas procesadas muestra una evolución diferente con N dependiendo de la ruta de procesado. En las rutas A y B_A (Fig. 5.27a y b), ϵ_F aumenta a medida que se realizan pasadas. El mayor valor, $\epsilon_F=0,22$, se encuentra en las probetas procesadas mediante ruta A. Este valor es ~55% más alto que en las probetas de la aleación de partida ($\epsilon_F \cong 0,14$). En

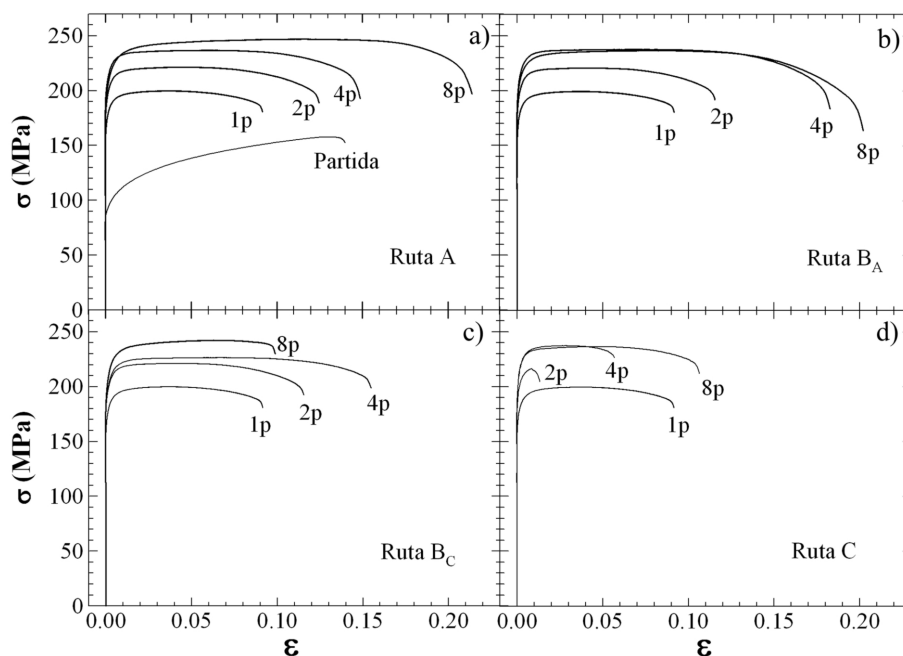


Fig. 5.27. Curvas de tracción de las probetas de partida y procesadas de 1 a 8 pasadas mediante las rutas a) A; b) B_A; c) B_C y d) C.

cambio, en las rutas redundantes B_C y C (Fig. 5.27c y d), ε_F muestra una evolución irregular. En general, las probetas procesadas por rutas B_C y C muestran menores alargamientos que las procesadas por ruta A y B_A a igualdad de número de pasadas. El valor de ε_F tras 8 pasadas por rutas B_C y C es $\varepsilon_F \cong 0,11$, valor que está muy por debajo de los alcanzados por rutas A y B_A , e incluso por debajo del alcanzado por las probetas de material de partida.

A modo de resumen, en la Fig. 5.28 se han representado las curvas de tracción de las probetas de la aleación de partida y de las procesadas a 8 pasadas por las 4 rutas de procesamiento. Además, en las Tablas 5.10-13 se incluye un resumen de las propiedades mecánicas en términos de $\sigma_{0,2}$, σ_{\max} y del alargamiento a rotura, ε_F . Se ensayaron 2 probetas por cada condición de procesamiento, por lo que el error proporcionado en las tablas es la semidiferencia de los valores obtenidos en los 2 ensayos. En la Tabla 5.11 se expresa la tenacidad de las muestras procesadas, calculada mediante la determinación del área bajo la curva σ - ε (MJ/m^3), en función de la ruta de procesamiento y el número de pasadas N . Se observa que, excepto para la ruta C hasta 4 pasadas, la tenacidad de las muestras procesadas es mayor que la de la muestra de partida. Incluso es superior al doble tras 8 pasadas por ruta A y B_A .

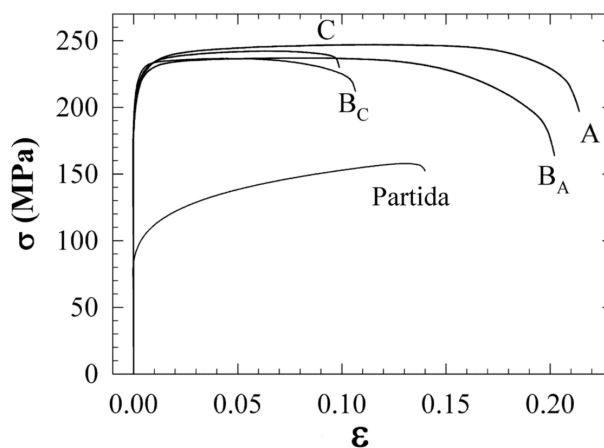


Fig. 5.28. Curvas de tracción de las probetas de la aleación de partida y de las probetas procesadas a 8 pasadas mediante las cuatro rutas.

Tabla 5.8. $\sigma_{0,2}$ (MPa) de las muestras procesadas en función de la ruta de procesado y el número de pasadas.

ruta \ nº de pasadas	0	1	2	4	8
A	91 ± 4	185 ± 4	203 ± 2	223 ± 2	214 ± 6
B _A			207 ± 1	216 ± 1	214 ± 3
B _C				211 ± 4	215 ± 1
C			209 ± 1	219 ± 1	218 ± 1

Tabla 5.9. σ_{\max} (MPa) de las muestras procesadas en función de la ruta de procesado y el número de pasadas.

ruta \ nº de pasadas	0	1	2	4	8
A	158 ± 1	203 ± 4	222 ± 1	245 ± 3	245 ± 3
B _A			227 ± 3	241 ± 3	240 ± 4
B _C				234 ± 4	242 ± 1
C			224 ± 3	238 ± 1	236 ± 2

Tabla 5.10. e_F (%) de las muestras procesadas en función de la ruta de procesado y el número de pasadas.

ruta \ nº de pasadas	0	1	2	4	8
A	14 ± 1	$9,5 \pm 0,1$	$13,5 \pm 0,3$	$16,9 \pm 1,2$	$22,8 \pm 1,5$
B _A			$12,4 \pm 0,2$	$20,0 \pm 0,1$	$21,2 \pm 1,7$
B _C				$17,8 \pm 1,5$	$11,1 \pm 1,0$
C			$2,0 \pm 1,0$	$4,4 \pm 1,9$	$11,2 \pm 0,1$

Tabla 5.11. Área bajo la curva σ - ε ($\cdot 10^6$ J/m³) de las muestras de partida y procesadas en función de la ruta de procesado y el número de pasadas.

ruta \ n° de pasadas	0	1	2	4	8
A	21 ± 2	18 ± 1	28 ± 1	37 ± 3	52 ± 7
B_A			26 ± 1	42 ± 1	44 ± 3
B_C				38 ± 3	25 ± 2
C			4 ± 2	10 ± 4	25 ± 1

5.2.6.2 Microestructura del material ensayado

Para explicar las diferencias en deformación a fractura, ε_F , entre probetas de tracción correspondientes a rutas diferentes, se hicieron metalografías de las probetas ensayadas en la región en la que tuvo lugar la fractura. De este modo fue posible caracterizar el camino seguido por la grieta en su propagación. En la Fig. 5.29 se muestra el camino de propagación de la grieta en las probetas del material de partida (Fig. 5.29a), y procesadas hasta 8 pasadas por ruta B_C, A y B_A (Fig. 5.29b-d). El eje X mostrado en la Fig. 5.29 representa el eje de tracción, y, en el caso de las probetas de material procesado es también el eje de extrusión, siendo el plano de observación, paralelo al plano Z de la última pasada.

Hay una diferencia fundamental entre el tipo de camino de propagación de la grieta de las probetas de material de partida, 8pB_C y 8pC y las probetas 8pA y 8pB_A. En la probeta de colada (Fig. 5.29a), la grieta ha propagado mayoritariamente a través del constituyente eutéctico. En la micrografía se ve que la grieta ha seguido un camino irregular bordeando las celdas de dendrita del Al primario. Este mismo camino es el que sigue la grieta en el casos de 8pB_C (Fig. 5.29b). La microestructura mostrada en la Fig. 5.29b corresponde a las probetas que mostraron $\varepsilon_F \cong 0,11$.

En las muestras procesadas por rutas A y B_A (Fig. 5.29c y d), la propagación de la grieta ha tenido lugar a través de ambos constituyentes, primario y eutéctico. Se puede ver cómo la grieta siguió una trayectoria más o menos rectilínea y uniforme y atravesó tanto el constituyente eutéctico como el primario. Las microestructuras mostradas en las Fig. 5.29c y d corresponden a las probetas que mostraron los valores más altos de ε_F , cercanos a 0,22. Como se

discutirá en el apartado siguiente, en este comportamiento influyen tanto el mecanismo de generación de daño, como el de propagación de grieta.

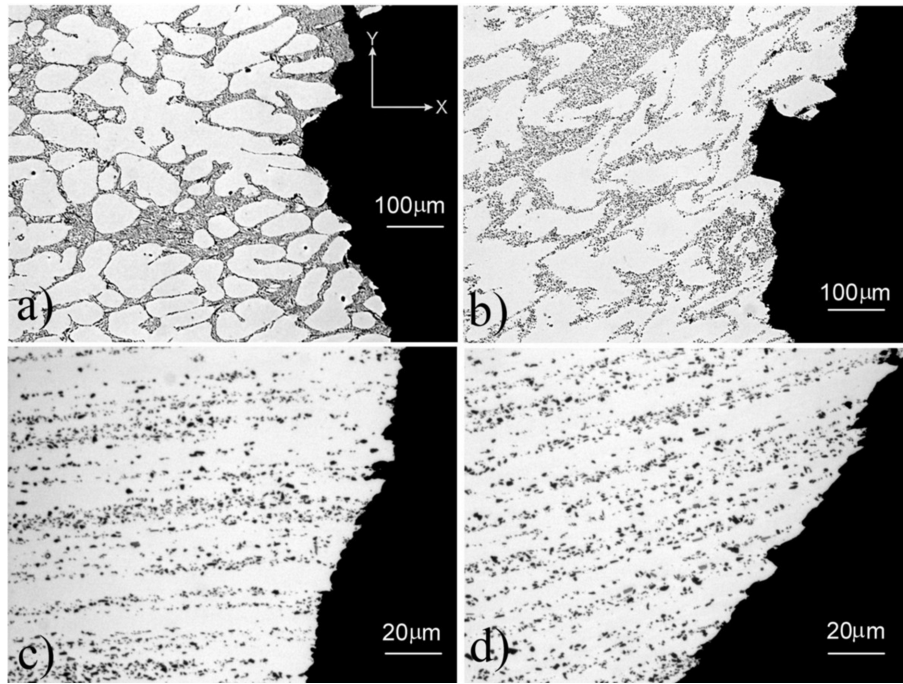


Fig. 5.29. Metalografía en el plano Z de las probetas de tracción ensayadas, tomadas cerca de la fractura de a) aleación de partida; b) 8p por ruta B_C; c) 8p por ruta A y d) 8p por ruta B_A.

5.3 Discusión

En este capítulo se realiza un análisis en profundidad del desarrollo microestructural de la aleación Al-7%Si durante el procesado por ECAP y sus implicaciones en las propiedades mecánicas a temperatura ambiente. Se inicia la discusión tratando el desarrollo de la microestructura durante el procesado. A un nivel macroscópico se observa el efecto de cada ruta de procesado en la distribución de los constituyentes primario y eutéctico. A partir de las observaciones, se ha creado un modelo geométrico de la distribución de los constituyentes mediante ruta A. La extensión de dicho modelo a microestructuras compuestas por estructuras de grano inicialmente no equiaxiales, permite la predicción de efectos adicionales de las rutas monotónicas a nivel microscópico.

A nivel microscópico, se han caracterizado por separado los constituyentes eutéctico y primario mediante técnicas de microscopía electrónica. En el Al primario, se han observado diferencias entre rutas de procesado monotónicas y redundantes mediante EBSD con implicaciones importantes en el mecanismo de afino de grano y generación de HABs. Además se discute el considerable afino de grano ayudado por precipitación inducida por deformación de Si retenido en solución sólida. En el constituyente eutéctico se produce la fragmentación de las partículas de Si y Al_5FeSi inicialmente alargadas.

A continuación se discuten las propiedades mecánicas a temperatura ambiente de las diferentes muestras procesadas. Se analiza la relación entre la microestructura, la resistencia y la ductilidad mostrada en los ensayos de tracción. Las muestras procesadas son mucho más resistentes que las de partida. La ruta de procesado produce un efecto espectacular en la ductilidad de la aleación a T_a .

Finalmente, se hace una comparación entre los desarrollos microestructurales producidos mediante ECAP y HPT. Esta comparación da lugar a resultados novedosos y a la mejor comprensión de la geometría de deformación de ambos procesos.

5.3.1 Distribución de los constituyentes

La distribución de los constituyentes microestructurales depende de la ruta de procesado. Aunque se realice la misma deformación equivalente, rutas diferentes conducen a distribuciones diferentes del Al primario y constituyente eutéctico. Se han elaborado modelos que predicen la deformación de elementos

microestructurales con morfología equiaxial [121,135,136]. Dado que la deformación ocurrida durante una pasada está afectada por factores como la fricción y la formación de cierta curvatura de la probeta en la esquina externa, es interesante analizar hasta qué punto dichos factores afectan a microestructuras reales. Diversos investigadores han abordado la confirmación experimental de los modelos usando diferentes aleaciones. Sin embargo, se han encontrado con multitud de problemas experimentales que han impedido su validación. [92,121,137-139]. En el presente trabajo, el constituyente eutéctico actúa como un marcador excelente de la deformación. Esto ha permitido la elaboración de un modelo geométrico de cambio de forma de granos “esféricos” mediante ruta A, su validación experimental y posterior extensión del mismo a morfologías de grano alargadas.

5.3.1.1 Fenomenología

Las micrografías en perspectiva isométrica mostradas en las Figs. 5.3-7 demuestran la dependencia de la evolución microestructural en la ruta de procesado a T_a . Una primera aproximación sobre el cambio de la morfología de las dendritas se puede hacer comparando las Figs. 5.4 y 6 con la evolución en un elemento cúbico durante 4 pasadas en una matriz de ECAP de 90° mediante las rutas A y B_C , mostrada en la Fig. 5.30a y b respectivamente. Efectivamente, durante la primera pasada de ECAP en una matriz con $2\phi = 90^\circ$, un elemento cúbico debe experimentar una deformación por cizalla simple $\gamma = 2$ adoptando forma de romboedro. Las secciones del romboedro paralelas al plano X son rectángulos de base igual a la arista del cubo inicial, pero de altura la mitad de ésta, lo que evidencia el aplastamiento del cubo original en el eje Y al transformarse en un romboedro. Las secciones del romboedro paralelas al plano Y son exactamente iguales a las del cubo original, como es de esperar atendiendo a la geometría de la cizalla simple. Si se continúa la deformación mediante ruta A, el romboedro se cizalla progresivamente sin cambiar el sistema de referencia. En secciones paralelas al plano X, se observa un aplastamiento progresivo en la dirección Y. Las secciones del romboedro paralelas al plano Y mantienen el mismo aspecto del cuadrado inicial. Si, en cambio, después de la primera pasada se continua la deformación del romboedro mediante ruta B_C , se ha de girar la muestra 90° alrededor del eje Y entre pasada y pasada y siempre en el mismo sentido. Esta geometría característica conlleva que la cizalla realizada en la tercera pasada es de signo opuesto a la realizada en la primera, y lo mismo ocurre con la

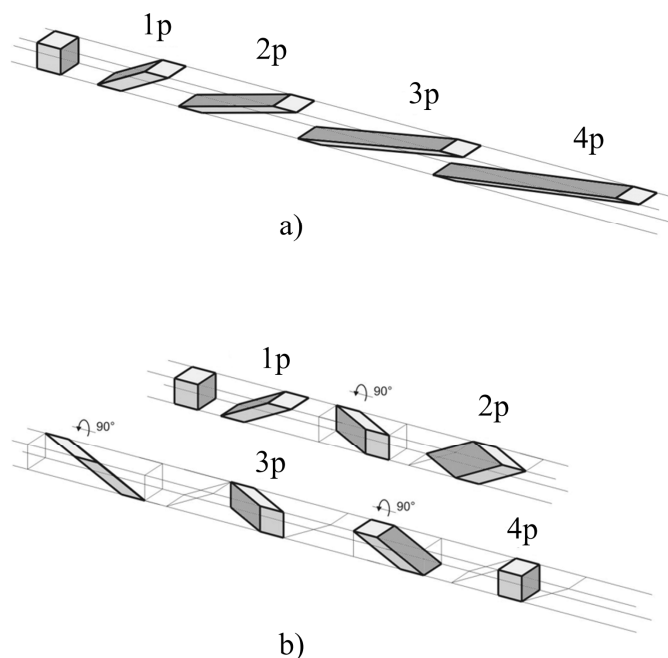


Fig. 5.30. Deformación ideal esperada de un elemento cúbico sometido a cuatro pasadas de ECAP mediante a) ruta A y b) ruta B_C.

cuarta y segunda pasadas. Como consecuencia, se produce el restablecimiento del cubo tras ciclos de cuatro pasadas de ECAP en la ruta B_C.

En las Figs. 5.4 y 6 se observa cómo las secciones paralelas a los planos X, Y y Z de las muestras procesadas siguen el mismo patrón de comportamiento que el descrito para el cubo ideal de la Fig. 5.30. Esto es, alargamiento progresivo de los constituyentes mediante la ruta A, y el restablecimiento de la distribución inicial de estos cada 4 pasadas mediante la ruta B_C.

El análisis la evolución de la deformación de un cubo muestra que las rutas B_A y C son análogas a las rutas A y B_C, respectivamente. Mediante la ruta B_A no se producen cizallas opuestas cada 2 pasadas, ya que de una pasada a la siguiente se alterna el sentido de la rotación de las muestras. Esto supone un alargamiento progresivo del elemento cúbico inicial y de los constituyentes similar al observado en ruta A, pero con una cierta rotación alrededor del eje X (Fig. 5.5). Mediante la ruta C, la rotación de 180° entre pasada y pasada conlleva que, en una pasada, se realice cizalla de signo opuesto a la anterior, restableciéndose la forma original

del cubo y los constituyentes cada 2 pasadas (Fig. 5.7). Debido a que mediante las rutas A y B_A se produce un alargamiento progresivo de la microestructura se las ha denominado rutas monotónicas. Del mismo modo, ya que las rutas B_C y C conllevan el restablecimiento de la forma original, se las ha denominado rutas redundantes [88].

5.3.1.2 Modelo geométrico

Para modelar el cambio de forma de las celdas de dendrita se escogió la esfera, y no un cubo, como la aproximación más adecuada de su morfología. En la Fig. 5.31, se muestra cómo una esfera sometida a cizalla simple se transforma en un elipsoide. Dado que la cizalla se produce bajo condiciones de deformación plana (sin deformación en el eje Z), el análisis en tres dimensiones para una esfera, se puede simplificar a dos dimensiones para una circunferencia en el plano Z. En este sentido, el resultado de la cizalla simple de una circunferencia es una elipse como se muestra en la Fig. 5.32a. Como ya se adelantó en el ap. 2.2.1, la deformación durante una pasada de ECAP consiste en cizalla simple paralela al plano de intersección de los canales de entrada y salida y en la dirección -X' (Fig. 5.32b). Tras una pasada de ECAP, un cuadrado ABCD se transforma en un paralelogramo A'B'C'D'. Del mismo modo, la circunferencia inscrita en el cuadrado se transforma en una elipse, cuyo eje mayor está inclinado un cierto ángulo β con el eje X. A continuación se calcula el valor de dicho ángulo, β , y el espesor relativo al diámetro (l_0) de la circunferencia inicial (w/l_0) de las elipses resultantes tras un número de pasadas N.

El cambio de forma del cuadrado ABCD y el círculo inscrito producido durante una pasada de ECAP mostrado en la Fig. 5.32b, se puede simular a través de una transformación compuesta de una rotación de ángulo $\pi-2\phi$ alrededor de Z en el sentido opuesto de las agujas del reloj, seguida de cizalla simple paralela al plano Y en la dirección +X (Fig. 5.32c). Esta transformación predice el mismo cambio de forma y simplifica el cálculo de β y w/l_0 . Hay que hacer notar que esta transformación no se debe utilizar para predicción de la textura, ya que estaría rotada e invertida con respecto a la textura de ECAP [99]. La cizalla simple en el sistema de referencia XY propuesta en la Fig. 5.32c transforma un punto P(x_0, y_0) en un punto P'(x,y) acorde a:

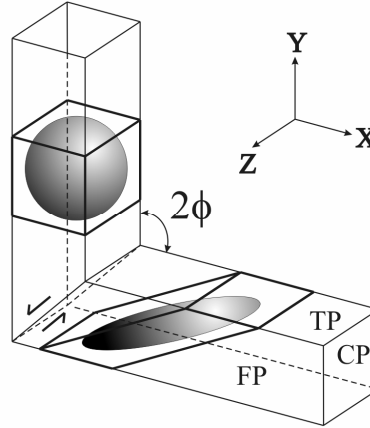


Fig. 5.31. Esquema de una pasada de ECAP en el que se muestra el cambio de forma de un elemento cúbico y una esfera. Se incluye el sistema de referencia y la designación de los planos de observación.

$$\begin{pmatrix} x \\ y \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & \gamma \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} x_0 \\ y_0 \end{pmatrix} \quad (5.1)$$

donde γ es la deformación de cizalla. Si se aplica la ecn. (5.1) a la ecuación de una circunferencia de diámetro l_0 centrada en el origen:

$$x^2 + y^2 = \left(\frac{l_0}{2}\right)^2 \quad (5.2)$$

ésta se transforma en una elipse de expresión:

$$x^2 + (1 + \gamma^2)y^2 - 2\gamma xy = \left(\frac{l_0}{2}\right)^2 \quad (5.3)$$

Mediante el análisis matricial, descrito en el apéndice 2, de la ecn. (5.3) e obtienen las expresiones de β y w/l_0 en función de la deformación de cizalla (γ), que son:

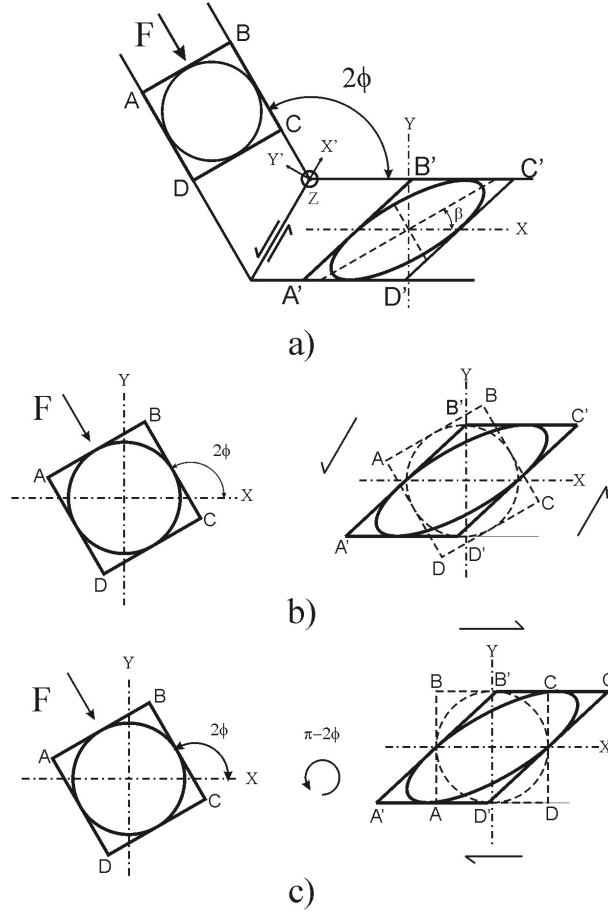


Fig. 5.32. Esquema de una pasada de ECAP reducida al plano de observación Z. a) Cambio de forma de un elemento circular y ángulo de inclinación β del eje principal mayor de la elipse. b) Cambio de forma en cizalla paralela al plano $X'Z$. c) Mismo cambio de forma producido por una rotación más cizalla simple paralela al plano XZ .

$$\beta = \arctan \left[\frac{1}{2\gamma} \left(\sqrt{(2 + \gamma^2)^2 - 4} - \gamma^2 \right) \right] \quad (5.4)$$

$$\frac{w}{l_0} = \frac{2}{\sqrt{2 \left[2 + \gamma^2 + \sqrt{(2 + \gamma^2)^2 - 4} \right]}} \quad (5.5)$$

Finalmente, sustituyendo $\gamma = 2N \text{ctg}(\phi)$ en las ecn. (5.4) y (5.5), se tiene las expresiones de β y w/l_0 en función del número de pasadas mediante ruta A para una matriz de ECAP de ángulo de intersección 2ϕ .

En la Fig. 5.33a se ilustra en el plano de observación Z el cambio de forma de un elemento esférico sometido a 1 y 4 pasadas por ruta A. Tras la cizalla, la circunferencia se transforma en una elipse que, a medida que se realizan pasadas,

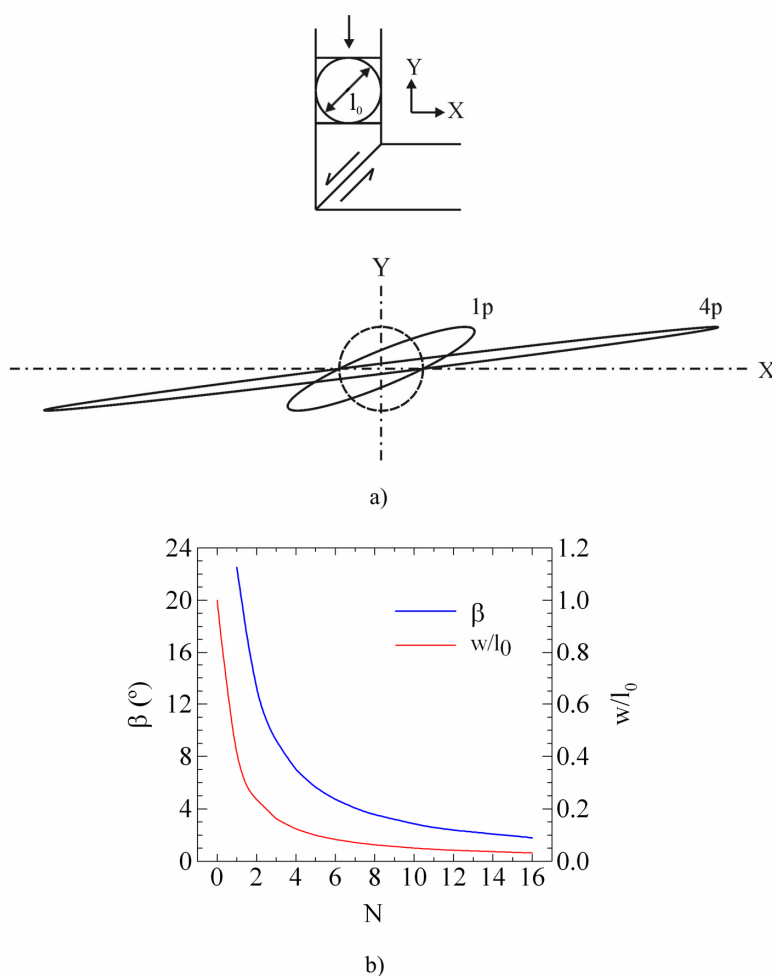


Fig. 5.33. Predicción del cambio de la forma de un elemento circular sometido a ECAP por ruta A según el modelo. a) Cambio de forma basado en la ecn. (5.1) en el plano de observación Z de un elemento circular sometido a 4 pasadas por ruta A. b) Predicción de β y w/l con N según las ecn. (5.4) y (5.5) respectivamente.

baja la inclinación de su eje mayor con el eje X, y se alarga y disminuye su anchura. La disminución de β y w/l_0 con N predicha por las ecn. (5.4) y (5.5) se muestra en la Fig. 5.33b. Como se ve en esta gráfica y se deduce de las ecn. (5.4) y (5.5), β y w/l_0 disminuyen rápidamente con las primeras pasadas y tienen una asíntota en $\beta=0$ y $w/l_0=0$.

5.3.1.3 Validación experimental

Para validar experimentalmente el modelo se comparan las predicciones mostradas en la Fig. 5.33 con las medidas experimentales del ángulo θ y de la razón l_X/l_Y proporcionadas en la Tabla 5.2. La comparación de θ con β es directa. Sin embargo, antes de comparar el espesor relativo teórico w/l_0 con las medidas experimentales l_X/l_Y dadas en la Tabla 5.2, es necesario aplicar un factor de corrección a la medida l_X . Dado que l_X es una medida paralela al eje Y, hay que transformar los valores de l_X en valores de w_{exp} , que es el espesor de las celdas de dendrita deformadas, el cual forma un ángulo θ con el eje Y en cada pasada. En la Fig. 5.34 se muestra la base geométrica de esta transformación. Los valores de w_{exp} son iguales al producto de l_X por un factor, f_γ , cuyo cálculo requiere del mismo análisis matricial dado en el apéndice 2 sobre la ecuación de una elipse. El factor de f_γ viene dado por:

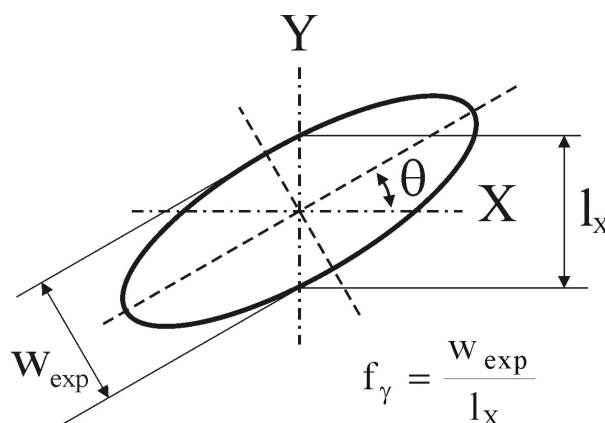


Fig. 5.34. Proyección de l_X sobre el eje menor de la elipse representativa de las celdas de dendrita cizalladas.

$$f_\gamma = \left(\frac{\cos \theta}{\gamma} \right) \cdot \sqrt{\alpha^2 + \text{tg}^2 \theta} \quad (5.6)$$

donde α es la relación teórica entre los ejes mayor y menor de la elipse sujeta a una deformación por cizalla γ , y viene dada por:

$$\alpha = \sqrt{\frac{2 + \gamma^2 + \sqrt{(2 + \gamma^2)^2 - 4}}{2 + \gamma^2 - \sqrt{(2 + \gamma^2)^2 - 4}}} \quad (5.7)$$

En la Fig. 5.35 se han representado los valores experimentales de θ , y w_{exp}/l_Y superpuestos a las curvas de β y w/l_0 mostradas en la Fig. 5.33 hasta $N=8$ pasadas. La concordancia entre la previsión y los valores experimentales es muy buena para ambos parámetros. El modelo predice correctamente el cambio de forma de las celdas de dendrita. La dispersión de las medidas de θ y w_{exp}/l_Y podría reflejar que la equiaxialidad de las celdas de dendrita en la microestructura de colada no es perfecta, pero los valores de β y w/l_0 predichos por las ecns.(5.4) y (5.5) están dentro del intervalo de la desviación típica de las medidas.

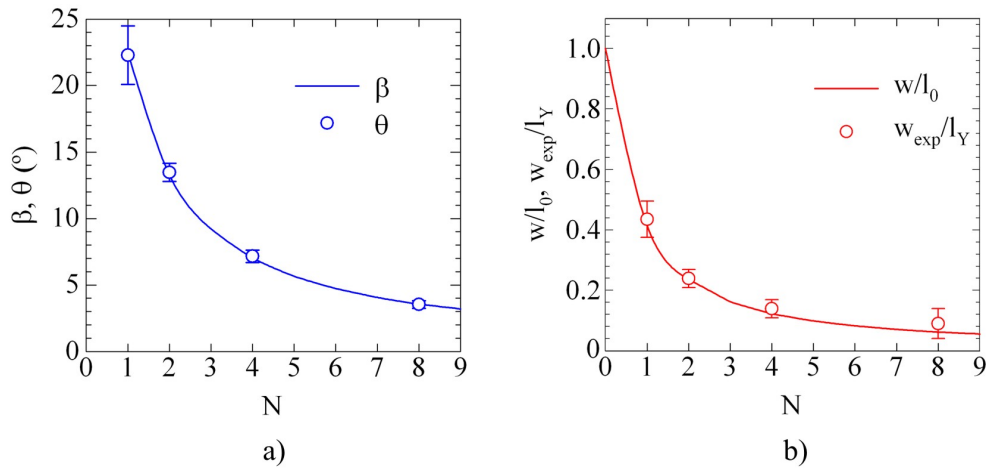


Fig. 5.35. Representación de los valores experimentales superpuestos a las curvas de β y w/l_0 predichas por el modelo hasta $N=8$ pasadas. a) Ángulo de inclinación teórico, β , y experimental, θ ; b) disminución del espesor teórico, w/l_0 , y experimental, w_{exp}/l_Y .

Este modelo no es exclusivo de microestructuras dendríticas. Si bien el efecto marcador del constituyente eutéctico ha permitido la validación hasta un número alto de pasadas, el modelo también es aplicable para predecir el cambio de forma en microestructuras monofásicas compuestas de granos equiaxiales. Como ya se ha introducido anteriormente, en estas microestructuras no es posible hacer un seguimiento de los granos originales, ya que tras 1-2 pasadas son indistinguibles [21]. Sin embargo, este modelo permite calcular cuál será la forma de los granos originales en cada estadio del procesado, y lo que es más importante, establece diferencias importantes entre las rutas monotónicas (A y B_A) y redundantes (B_C y C) que tienen consecuencias en cuanto al mecanismo de afino de grano, como se discutirá más adelante.

5.3.1.4 Extensión del modelo: morfologías no equiaxiales

El modelo geométrico expuesto en el ap. 5.3.1.2 está basado en la matriz de transformación (ecn. (5.1)) de un conjunto de puntos cualesquiera P₀(x₀,y₀) sometido a deformación cizalla. Esta base es, en si misma, independiente de la morfología del conjunto inicial de puntos. El modelo está apoyado por las observaciones experimentales en microestructuras con morfologías equiaxiales. A continuación, se extiende el modelo para predecir el cambio de forma que tendría lugar en microestructuras con formas de grano no equiaxiales sometidas a procesado de ECAP mediante ruta A.

Si la microestructura inicial se compone de granos alargados, producto por ejemplo de una laminación, el análisis del cambio de forma realizado para esferas iniciales se puede extender si se aproximan los granos alargados a elipsoides. Como la cizalla simple es un proceso de deformación plana, la cizalla de un elipsoide se puede reducir a la cizalla de una elipse en el plano Z. El siguiente análisis geométrico es muy similar al realizado en el caso de un círculo. Utilizando la transformación y ejes de referencia de la Fig. 5.32, se considera una elipse inicial de ejes principales paralelos a los ejes de referencia X e Y con longitud 2a y 2b respectivamente, y de ecuación:

$$b^2x^2 + a^2y^2 = a^2b^2 \quad (5.8)$$

el resultado es otra elipse que depende de a, b y de la deformación de cizalla, γ :

$$b^2x^2 + (a^2 + \gamma^2b^2)y^2 - 2b^2\gamma xy - a^2b^2 = 0 \quad (5.9)$$

Mediante el análisis matricial (apéndice 2) de la ecn. (5.9) se obtiene el ángulo de inclinación β del eje mayor, y el espesor de la elipse relativo al diámetro (l_0) de un círculo de igual área que la elipse inicial (w/l_0):

$$\beta = \tan^{-1} \left[\frac{1}{2\gamma} \left(m \sqrt{\left(\frac{1+m^2+\gamma^2}{m} \right)^2 - 4} + 1 - m^2 - \gamma^2 \right) \right] \quad (5.10)$$

$$\frac{w}{l_0} = \frac{2}{\sqrt{2 \left[\frac{1+m^2+\gamma^2}{m} + \sqrt{\left(\frac{1+m^2+\gamma^2}{m} \right)^2 - 4} \right]}} \quad (5.11)$$

donde $m = a/b$ es la relación de aspecto de las elipses iniciales. Si $m > 1$, significa que los granos están alargados paralelamente al eje del canal de entrada de la matriz; y si $m < 1$ los granos están alargados perpendicularmente al eje del canal de entrada.

Finalmente, sustituyendo $\gamma = 2N \cotg(\phi)$ en las ecns. (5.10) y (5.11), se tiene las expresiones de β y w/l_0 en función de N mediante ruta A para una matriz de ECAP de ángulo de intersección 2ϕ .

En la Fig. 5.36 se ilustra el cambio de forma de dos granos inicialmente elípticos de igual área pero orientados diferentemente, con $m=5$ (Fig. 5.36) y $m=0,2$ (Fig. 5.36) sometidas a una y cuatro pasadas mediante ruta A. El modelo predice claramente una evolución desigual del cambio de forma de los granos, ya que tanto la inclinación del eje mayor, β , como la disminución de espesor, w/l_0 dependen de la orientación inicial de los granos. Granos elípticos alineados inicialmente perpendiculares a la dirección del canal de entrada muestran mayor inclinación así como mayor alargamiento y menor espesor relativo que granos elípticos orientados paralelos al eje del canal de entrada sometidos al mismo procesado. En la Fig. 5.37 se representan β y w/l_0 frente a N para diferentes

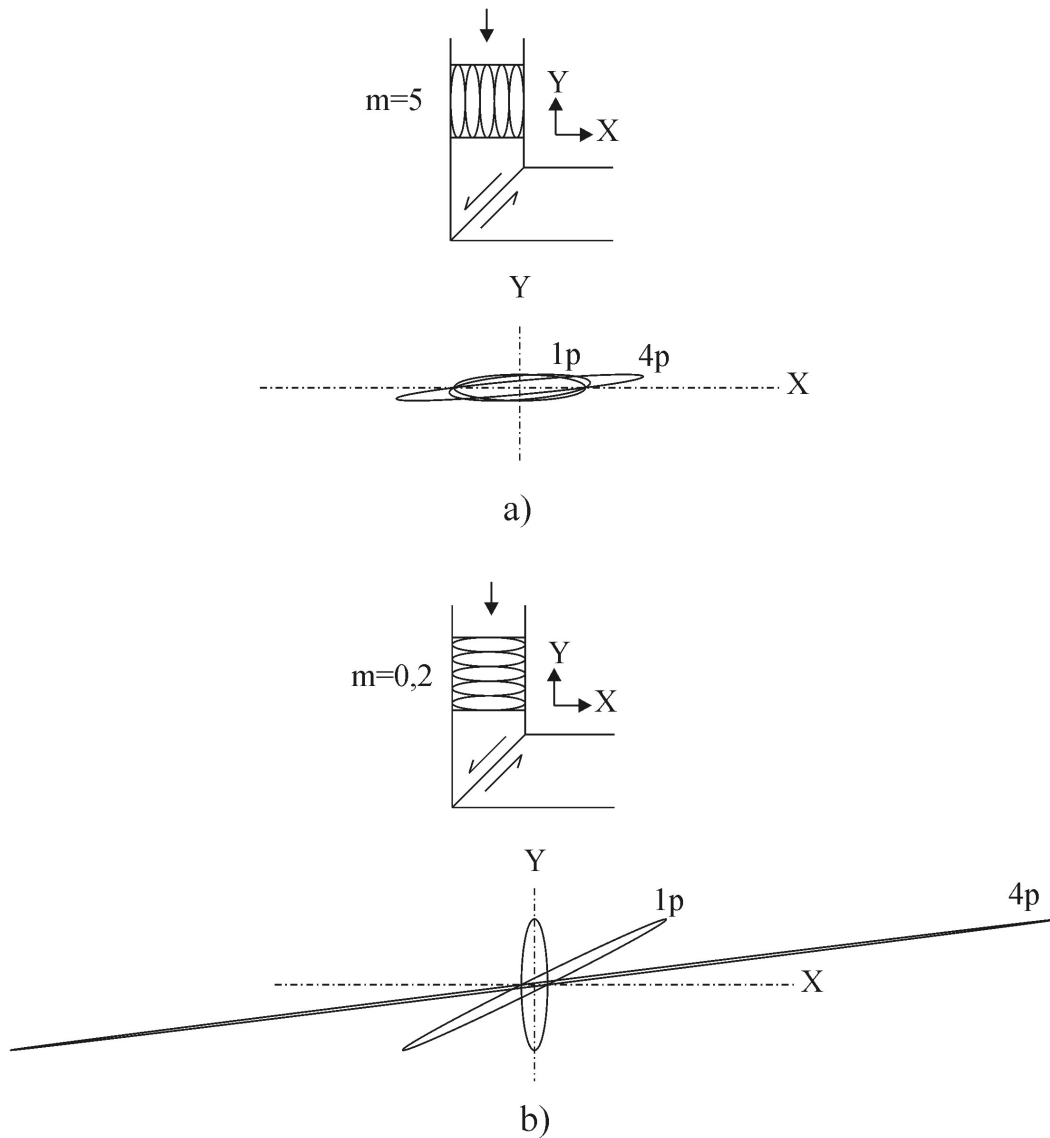


Fig. 5.36. Predicción, según el modelo geométrico, del cambio de forma de un elemento elíptico sometido a 4 pasadas de ECAP por ruta A en el plano de observación Z. a) Grano inicialmente paralelo al eje del canal de entrada ($m=5$); b) grano inicialmente perpendicular al eje del canal de entrada ($m=0,2$).

valores de m , desde $m = 10$ a $m = 0,1$. Se ve claramente la variación ambos en función del valor de m . En el caso de β (Fig. 5.37a), inicialmente aumenta para

valores altos de m , para decrecer paulatinamente a deformaciones mayores; mientras que para $m < 1$, disminuye con la deformación como en granos equiaxiales. En todos los casos β muestra un comportamiento asintótico hacia un valor límite de 0° a valores de N grandes. En el caso del espesor relativo (Fig. 5.37b), w/l_0 decrece más rápidamente con N en el caso de $m < 1$. Por ejemplo, la elipse representada en la Fig. 5.36a ($m = 5$), ha reducido su espesor inicial después de 4 pasadas mediante ruta A alrededor de 4 veces menos que una de igual área pero orientada perpendicular al eje del canal de entrada ($m = 0,2$).

Este análisis tiene implicaciones importantes si el procesado de ECAP se aplica a aleaciones con microestructuras no equiaxiales inicialmente. De acuerdo con dicho análisis, se puede esperar mayor afino de grano en microestructuras alargadas si se introducen en el interior del canal de entrada con las estructuras alargadas alineadas perpendicularmente al eje del canal y se procesan mediante una ruta monótonica A o B_A . Es posible que las fronteras de grano originales se aproximen lo suficiente para activar mecanismos de afino de grano por recrystalización continua como recrystalización dinámica geométrica o “*geometric dynamic recrystallization*” (GDRX) [140]. En cambio, si los granos no están inicialmente orientados favorablemente ($m > 1$) o se emplean rutas de procesado redundantes (B_C o C), las fronteras de grano originales no se acercarán lo suficiente y el afino de la microestructura tendrá lugar por procesos de subdivisión por acumulación y recombinación de dislocaciones.

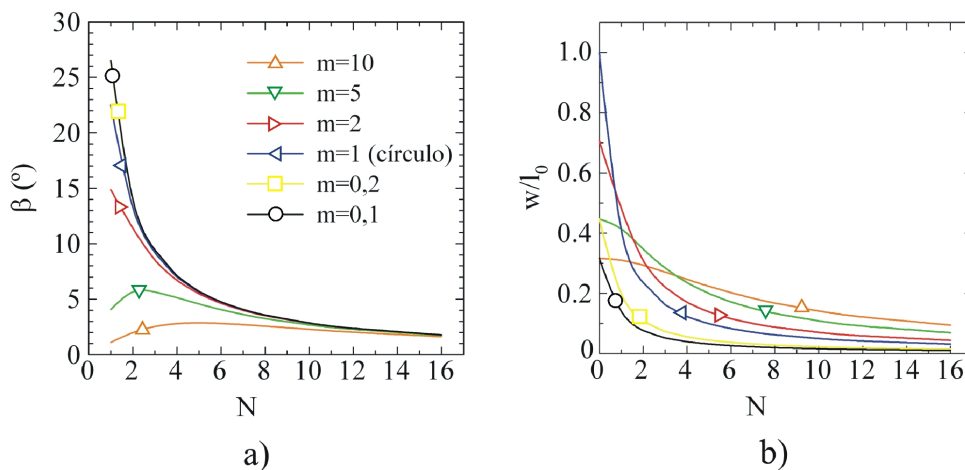


Fig. 5.37. Evolución de β y w/l con N según las ecn. (5.10) y (5.11), respectivamente, en granos elípticos con diferentes relaciones de aspecto desde $m=10$ a $m=0,1$

5.3.1.5 Redistribución geométrica de las partículas de Si

Como se mencionó en el ap. 2.1.1.2, en algunas publicaciones se ha sugerido la utilización del procesado mediante ECAP para homogeneizar la microestructura en materiales compuestos de matriz metálica con partículas. Sabirov y col. procesaron por ECAP una aleación de Al 6061-20%Al₂O₃ mediante la ruta B_C a 370°C [46]. En otro trabajo, de Lillo [47], se procesaron mediante ECAP muestras de una aleación Al 6061-10%B₄F a 300°C por diversas rutas. Tras el procesado, en ambos materiales se observó que los agregados de partículas de refuerzo se habían fragmentado y la distribución final de partículas se mostró bastante homogénea. Sin embargo, como resultado de las altas temperaturas de procesado, el afino de grano quedó sacrificado y, en los ensayos mecánicos de las muestras procesadas, no se registró el incremento de la resistencia deseable.

La aleación Al-7%Si de partida puede considerarse como un material compuesto con una matriz de Al y alrededor del 7% de partículas de Si distribuidas heterogéneamente. A diferencia de las referencias anteriores [46,47], en el presente trabajo las muestras se han procesado a T_a. La intención fue analizar el efecto de las diferentes rutas de procesado sobre la homogeneidad de la distribución de partículas de Si sin sacrificar el afino de grano de la matriz de Al. Los resultados mostrados en las Figs. 5.8 y 9 demuestran que la deformación severa produce una homogeneización de las partículas de Si y Al₃FeSi del eutéctico, permaneciendo éstas en los espacios interdendríticos. Tras la deformación de cizalla a T_a las partículas ocupan la posición predicha por la ecn. (5.1). La redistribución de éstas depende de la geometría de la ruta empleada, siendo más efectivas, a igualdad de deformación, mediante las rutas monotónicas A y B_A que mediante las rutas redundantes B_C y C. Estas últimas, como se observa en las Figs. 5.6-9 no producen redistribución de los constituyentes, y la distribución de las partículas del eutéctico es bastante similar a la del material colado, incluso después de 8 pasadas.

En contraste, las rutas monotónicas A y B_A muestran uniformización de la distribución de las partículas del eutéctico debido al aplastamiento progresivo de las dendritas de Al primario, acercando así las regiones de constituyente eutéctico. En ciertos planos de observación, por ejemplo los planos Z y X en las muestras procesadas por ruta A, se ve claramente que a medida que se realizan pasadas las regiones eutécticas están cada vez más cercanas. Sin embargo en el plano Y se siguen viendo las celdas de dendrita con la misma morfología inicial. Aunque no

se haya llegado a ver la homogeneización completa de la distribución de las partículas en el presente trabajo, es previsible que, tras un cierto número de pasadas, cuando el espesor de las dendritas de Al primario sea del orden de magnitud de los fragmentos de partículas de Si, la distribución de partículas esté bastante homogeneizada.

Este tipo de homogeneización, basada en la deformación de cizalla, se ha denominado en el presente trabajo “redistribución geométrica”, y se ha simulado en la Fig. 5.38 para ruta A. En la Fig. 5.38a se representa una microestructura eutéctica con partículas de Si alrededor de las celdas de dendrita. A medida que se produce deformación de cizalla, las celdas de dendrita del Al primario se inclinan sobre el eje X y se aplastan en la dirección Y (Fig. 5.38b). Después de una deformación de cizalla elevada el espesor de las celdas de dendrita queda del orden del diámetro de las partículas de Si, igualándose la distancia entre partículas

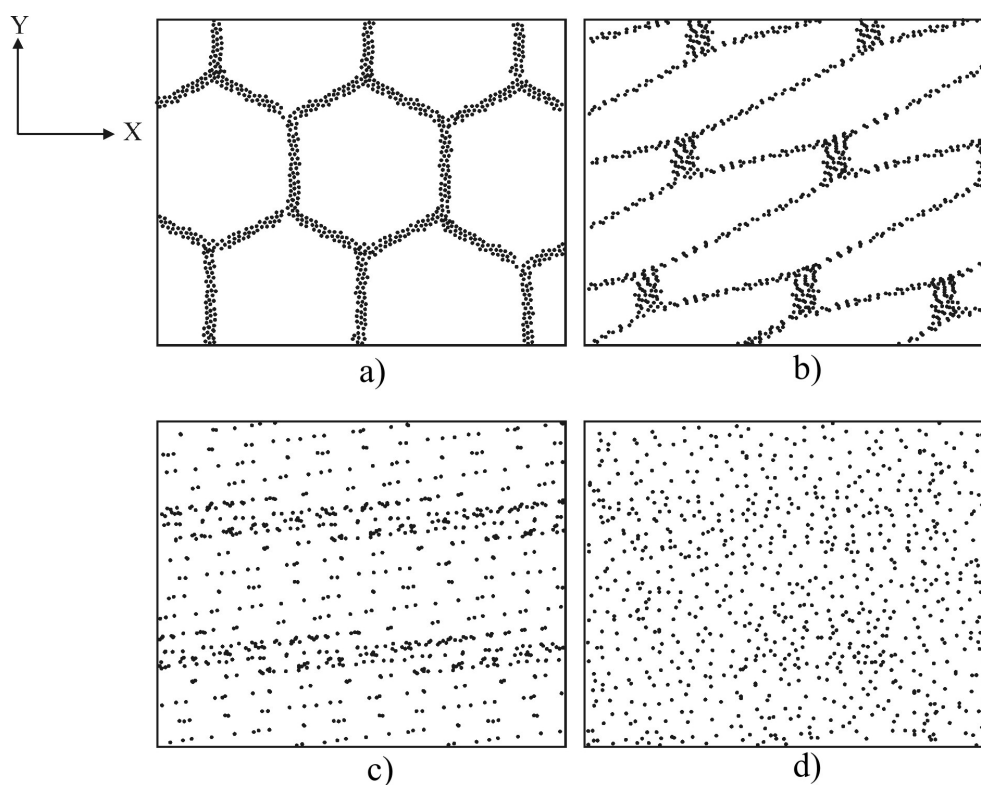


Fig. 5.38. Idealización del concepto de redistribución geométrica mediante ruta A en una microestructura dendrítica ideal sometida a cizalla simple. a) Microestructura de partida; b) $\gamma=2$ (1 pasada en ECAP 90°); c) $\gamma=8$ (4 pasadas); d) $\gamma=32$ (16 pasadas).

en las tres direcciones, quedando la microestructura homogeneizada por redistribución geométrica (Fig. 5.38d). Como se verá más adelante en el ap. 5.3.5, la aplicación de deformaciones de cizalla más elevadas mediante el procesado por HPT confirma esta predicción.

5.3.2 Evolución del Al primario durante ECAP

5.3.2.1 Estudio de la microtextura

El efecto de la ruta de procesado en el mecanismo de afino de grano y en la generación de HABs ha sido bastante discutido desde los primeros trabajos de ECAP. En la mayoría de los trabajos publicados, a la comparación entre rutas se le ha dado un enfoque cuantitativo desde el punto de vista de la efectividad en afino y en generación de HABs. De acuerdo con dos trabajos pioneros sobre este tema [12,135], una de las primeras conclusiones fue que la efectividad de las rutas depende del ángulo de intersección de los canales, 2ϕ . En [12] se hicieron medidas de tamaños de grano y desorientaciones por MET en muestras de Al puro procesado a T_a en una matriz con ángulo $2\phi = 90^\circ$ mediante rutas A, B_C y C. De acuerdo con sus resultados, las tres rutas producen similar afino de grano, pero la ruta B_C se mostró más efectiva en la generación de HABs que las rutas A y C. En el otro trabajo [135], se hicieron medidas de tamaño de grano y desorientaciones por EBSD en muestras de Al-Mg y Al-Mn procesadas a T_a en una matriz de ángulo $2\phi = 120^\circ$. De acuerdo con sus resultados, la ruta A es la más efectiva tanto en afino de grano como en generación de HABs. Hoy día, hay acuerdo generalizado de que la ruta B_C sería la más efectiva en matrices de 90° y la ruta A en matrices de 120° [21]. Sin embargo, la mayoría de los estudios sobre ECAP de Al se han realizado en aleaciones monofásicas y, dado que los granos iniciales se vuelven indistinguibles tras 1-2 pasadas, ha sido imposible analizar la evolución de los granos individuales durante el procesado por diferentes rutas.

En el presente trabajo, se ha dado otro enfoque al análisis entre rutas de procesado. Aprovechando que el constituyente eutéctico delimita regiones de Al con una única orientación cristalográfica inicial (celdas de dendrita), se ha llevado a cabo un seguimiento de la microtextura en celdas de dendrita individuales de muestras procesadas por rutas A y B_C . Gracias al papel marcador del constituyente eutéctico se pudo distinguir una celda de dendrita de su vecina, y así

observar diferencias fundamentales entre las dos rutas en el mecanismo de afino microestructural.

Durante la primera pasada de ECAP, común a las dos rutas, la deformación de cizalla impuesta ($\gamma \sim 2$) se acomoda generalmente mediante la formación de bandas de deslizamiento aproximadamente paralelas al plano de cizalla (Fig. 5.22a). Las bandas de deslizamiento están poco desorientadas, normalmente separadas por LABs. De acuerdo con la figura de polos (111) correspondiente al plano Z, la desorientación en cada celda de dendrita es baja y las fronteras de grano son mayoritariamente de bajo ángulo. En algunas celdas de dendrita, (Fig. 5.22b), la acomodación de la deformación impuesta tiene lugar además mediante la formación de bandas de deformación orientadas según dos variantes gemelas de orientaciones cristalográficas prominentes de textura de cizalla. La identificación de las orientaciones cristalográficas de las bandas de deformación está representada en las ventanas del espacio de Euler en la Fig. 5.22b en colores naranja y amarillo, y corresponde a dos variantes gemelas de la fibra A. La desorientación teórica entre las variantes A_1 y A_2 es de 60° , valor muy cercano al ángulo de desorientación entre las bandas de deformación observadas (Fig. 5.22c).

Si se continúa el procesado hasta 4 pasadas, la microestructura se subdivide en regiones en forma de bandas desigualmente orientadas cristalográficamente con diferente morfología según se ha empleado la ruta A o B_C . La morfología de las bandas, como en otros procesados por deformación en frío, refleja la deformación macroscópica impuesta por la geometría de la ruta. Por la ruta A (Fig. 5.21b y Fig. 5.23a), las bandas son laminares y tienden a quedar paralelas a la dirección de extrusión. Contrariamente, después de 4 pasadas por ruta B_C (Fig. 5.21c y Fig. 5.24a), no se observan las estructuras laminares, sino regiones con diferente orientación cristalográfica que reflejan la deformación de cizalla sufrida durante las últimas dos pasadas.

Atendiendo a la orientación cristalográfica, ilustrada por figuras de polos y representación en el espacio de Euler, de las bandas generadas por cada ruta A o B_C , se observan diferencias fundamentales. En la muestra procesada por ruta A (Fig. 5.23b), algunas celdas de dendrita exhiben subdivisión en bandas alargadas que muestran un patrón alternado de variantes gemelas de una orientación de cizalla. Este es el caso de la celda de dendrita localizada en la zona inferior de la imagen proporcionada en Fig. 5.23b, que muestra un patrón alterno de bandas orientadas según variantes gemelas A_1 y A_2 de la fibra A (naranja y amarillo). También es el caso de la celda de dendrita localizada en la parte superior, que

muestra un patrón alterno de bandas orientadas según las variantes gemelas B_1 y B_2 (rojo y azul) de la fibra B. Estas bandas, al igual que las mostradas en la muestra sujeta a una pasada, están separadas por fronteras de grano de ángulo alto, por lo que su formación contribuye a la generación de este tipo de fronteras. Otras celdas de dendrita como la de color rojo en la Fig. 5.23b, se han orientado en una única orientación de cizalla, incluso después de 4 pasadas. En un estudio reciente en procesamiento de Al puro mediante ECAP a T_a , se mostró que el cambio de forma macroscópico de los granos iniciales durante las primeras pasadas se acomoda mediante la formación de bandas en cuyo interior se formaba la subestructura, consistente principalmente en celdas de dislocaciones y (sub)granos [101]. Además, se mostró que es común que dichas bandas se orienten alternadamente en variantes gemelas de la misma fibra de cizalla, de modo que la naturaleza de la frontera entre ellas es de ángulo alto.

En contraste, tras 4 pasadas por ruta B_C las bandas de granos no están orientadas según dos variantes gemelas, como se observa en la figura de polos (111) (Fig. 5.21c) y las ventanas del espacio de Euler de la Fig. 5.24b. En este caso, la orientación cristalográfica de cada banda de granos no es única, sino que en el interior de las celdas de dendrita se forma un gradiente de orientaciones cristalográficas correspondientes a la textura de cizalla. Como resultado, en las ventanas del espacio de Euler de la Fig. 5.24b, en lugar de mostrarse orientaciones discretas como se observa para la ruta A (Fig. 5.23b), se observa una dispersión de orientaciones a lo largo de la fibra de cizalla. Por lo tanto, no contribuyen a la formación de HABs.

Resumiendo, la evolución de la microestructura en el Al primario depende de la ruta de procesamiento. Si se procesa mediante ruta A, las celdas de dendrita de Al primario se alargan en la dirección de extrusión reflejando la deformación macroscópica. Una fracción de éstas acomoda la deformación mediante bandas de deformación cuya orientación cristalográfica se organiza alternadamente en variantes gemelas de la misma orientación de cizalla, en cuyo interior se genera la subestructura. Si se tiene en cuenta la extensión del modelo geométrico desarrollado para la ruta A en el ap. 5.3.1.4, a deformaciones grandes, las fronteras de ángulo alto generadas entre las bandas, se acercarán hasta distancias cada vez más cortas. A deformaciones lo suficientemente grandes, podrían observarse efectos de GDRX en el afino de grano. En contraste, la ruta B_C no favorece la acomodación de la deformación mediante bandas de deformación. Por

lo tanto, no se espera la contribución de estos procesos a la generación de fronteras de grano de ángulo alto.

5.3.2.2 Afino de grano y precipitación de Si inducida por deformación

La aparición de precipitados de Si en el constituyente primario de las muestras de colada procesadas por ECAP, mostradas en la Fig. 5.13, se debe a la precipitación de Si inducida por la deformación severa. Es usual que durante la solidificación de aleaciones de este tipo, una pequeña cantidad de Si quede retenido como solución sólida en las dendritas de Al primario fuera del equilibrio [141]. En la Fig. 5.39 se muestra el diagrama de fases Al-Si, detallado hasta 5%Si. La cantidad de Si retenida depende de la velocidad de solidificación. Para solidificación por colada, la fracción de Si puede ser de ~1,65%, que corresponde a la solubilidad máxima de Si en la red cristalina de Al a la temperatura eutéctica de 577°C [142]. Durante el procesado de ECAP, la deformación severa ha inducido la precipitación de parte del Si disuelto en el Al primario. Según el diagrama de fase, tiene que producirse la precipitación de Si, la cual está favorecida por la generación de defectos durante la deformación severa favorables a la nucleación de precipitados de Si. Dislocaciones, nodos de dislocaciones en la estructura de celdas y fronteras de (sub)grano son lugares proclives para la precipitación, y actúan como catalizadores bajando la energía de activación

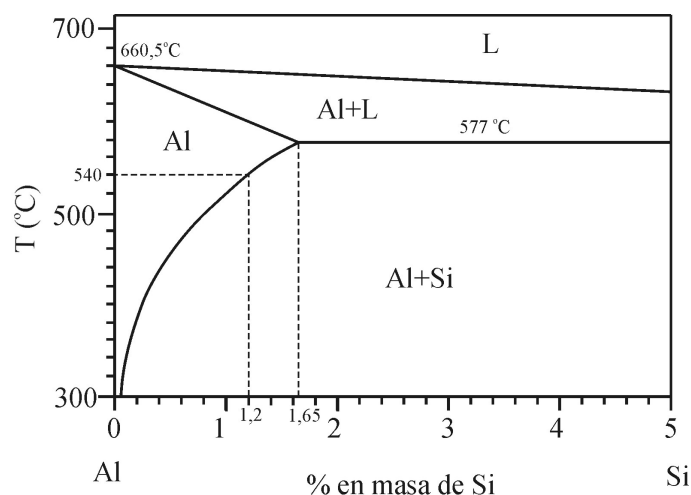


Fig. 5.39. Detalle del diagrama de fases Al-Si en el intervalo de 0 a 5% en masa de Si.

necesaria para la nucleación de nuevos precipitados [143,144]. La Fig. 5.26 muestra que ha precipitado Si en las fronteras de grano (FG) y en el interior de éstos.

En la muestra de colada, C, y en la templada, Q, la cantidad de Si sobresaturado en las dendritas de Al primario es mayor que en la muestra enfriada lentamente, S. Como resultado, tal y como se observa al comparar la microestructura de C (Fig. 5.13c) y de Q (Fig. 5.14a) con la de S (Fig. 5.14c), sometidas las tres a 4pBc, se produce menos precipitación de Si inducida por la deformación en la muestra S. Según el diagrama de fases del Al-Si (Fig. 5.39), durante el tratamiento de puesta en solución a 540°C durante 20h realizado a las muestras Q y S, la fracción de Si en solución sólida esperada es de alrededor de 1,2%. Gran parte de este Si es retenido en solución sólida en las dendritas de Al primario en el caso de la muestra Q. En cambio, en la muestra S, el enfriamiento lento permite la difusión de los átomos de Si disueltos hacia las partículas grandes de Si del constituyente eutéctico. De esta manera, la red cristalina de las dendritas de Al primario en la muestra S albergan menor cantidad de Si sobresaturado y muestran menos precipitación durante el procesado ECAP.

Si se comparan las imágenes de electrones retrodispersados de las muestras C, Q y S sometidas a 4pBc (Fig. 5.13d y Fig. 5.14b y d, respectivamente), se observa que la precipitación de Si inducida por deformación tiene un gran efecto en el tamaño de (sub)grano final. Las muestras que más precipitación de Si evidencian, muestras C y Q procesadas, desarrollan tamaños de (sub)grano finales de 0,5 y 0,65 μm , respectivamente. En cambio, la muestra con menor precipitación de Si, la muestra S, desarrolla un tamaño de grano de 0,9 μm , mayor que las muestras C y Q. Esta diferencia tiene su explicación en el efecto de los precipitados de Si en la actividad de las dislocaciones durante el proceso de afino de grano. En las muestras C y Q los precipitados dificultan el movimiento de las dislocaciones y producen una mayor densidad de apilamientos, condicionando el tamaño de celda, y posteriormente de (sub)grano, que resulta ultrafino. Sin embargo, en la muestra S, al haber mucha menor densidad de precipitados que dificulten el movimiento de las dislocaciones, el tamaño de celda y de (sub)grano de equilibrio es cercano al del Al puro tras sufrir el mismo procesado [22].

En un trabajo reciente [84] se procesaron por ECAP de ángulo $2\phi=120^\circ$ a T_a dos aleaciones de colada Al-7%Si y Al-0,5%Si hasta una deformación equivalente $\varepsilon=7$. La microestructura de Al-7%Si consistía en dendritas de Al primario

rodeadas del constituyente eutéctico, formado por placas de Si y Al_5FeSi . En cambio la aleación Al-0,5%Si era principalmente Al monofásico. Tras el procesado, el tamaño final de grano en la aleación Al-7%Si era mucho menor que en la aleación monofásica. En este trabajo se sugirió que el afino de grano en una aleación Al-7%Si es más intenso que en la aleación Al-0,5%Si debido a una mayor acumulación de dislocaciones alrededor de las partículas de Si eutéctico vía dislocaciones geométricamente necesarias.

Sin embargo, en el presente trabajo se ha mostrado que la diferencia entre el tamaño de grano de las muestras Q y S procesadas indica que la contribución de la precipitación inducida de Si en el afino del Al primario tiene más peso que el efecto de las partículas de Si eutécticas en la generación de dislocaciones. Es más, el tamaño de grano en el Al primario de la muestra S procesada es equiparable al de Al puro bajo el mismo procesado. Esto indica que, en las muestras procesadas durante esta investigación, la composición del Al primario es más determinante en el afino de grano que la presencia de partículas de Si eutécticas.

Las diferencia en el Al primario tras 8 pasadas mediante rutas A y B_C , se observa comparando las imágenes obtenidas por MEB (Fig. 5.15 y Fig. 5.13e y f) y por MET (Fig. 5.25). En dichas figuras se observa que por la ruta B_C , los (sub)granos se muestran prácticamente equiaxiales después de una deformación equivalente $\varepsilon=8$. En cambio, por la ruta A, tanto la distribución de precipitados de Si retenido en el primario como la subestructura son casi paralelos a la dirección X.

5.3.3 Evolución del constituyente eutéctico por ECAP

Durante el procesado por ECAP las partículas de Si y Al_5FeSi se fragmentan como resultado de las tensiones acumuladas a su alrededor durante la deformación plástica severa. Tras el electropulido de las muestras, no fue posible diferenciar entre fragmentos de Si y de Al_5FeSi . Dado que la fracción en volumen de partículas Al_5FeSi es muy pequeña en comparación con las de Si, en el siguiente análisis se ha asumido que todas las partículas son de Si.

En general, la tensión a la que se fractura una partícula depende de su naturaleza, de su tamaño y de su morfología. A igualdad de tensión, partículas más grandes y con mayor relación de aspecto son menos resistentes y se fragmentan con mayor facilidad que partículas pequeñas y equiaxiales. La evolución de las dimensiones y morfología de las partículas durante el procesado

por ruta A se muestra en la Fig. 5.40, en términos de diámetro equivalente de partícula (D) y relación de aspecto (α) frente a número de pasadas (N). Ambos se han calculado en dos dimensiones asumiendo que las partículas tienen forma rectangular, de modo que $a_X \cdot a_Y = \pi(D/2)^2$; y $\alpha = a_X/a_Y (>1)$. A medida que se realizan pasadas, se observa que los valores de D y α tienden a disminuir. Además, las partículas se fragmentan rápidamente durante las primeras pasadas y, más lentamente durante las siguientes.

Esto es así debido a la disminución de tamaño (D) y relación de aspecto (α) de las partículas. Los fragmentos son más resistentes a la fragmentación a medida que se realizan sucesivas pasadas. Una valoración más cuantitativa se puede abordar asumiendo que la fragmentación de las partículas de Si responde a una estadística de Weibull [145,146]. En un material compuesto particulado sometido a tensión, la probabilidad de que una partícula fracture viene dada por la siguiente expresión:

$$p = 1 - \exp \left[- \frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma_p}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (5.12)$$

donde $V=1/6\pi D^3$ es el volumen de una partícula con diámetro equivalente D ; $V_0=1/6\pi D_0^3$, siendo D_0 igual a la dimensión menor (a_y) de cada partícula; σ_p es la

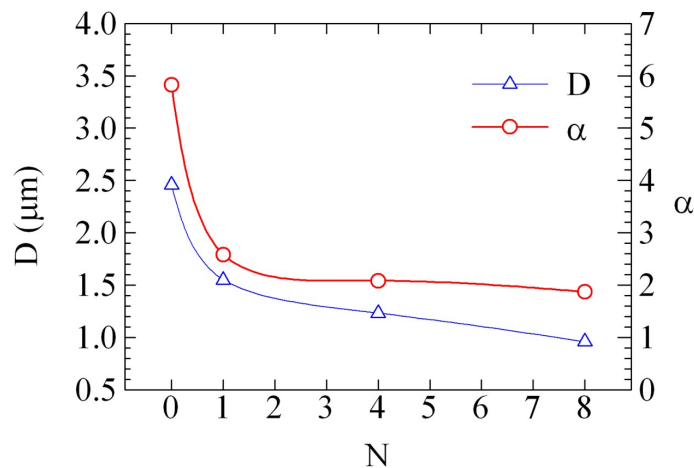


Fig. 5.40. Evolución de D y α de las partículas a medida que se realizan pasadas.

tensión acumulada en la partícula; σ_0 es una constante y m es el módulo de Weibull.

En [146], se realizó un estudio estadístico de la fragmentación de partículas de Si en una aleación de colada Al 356, cuya composición es Al-7%Si-0,4%Mg, sometida a ensayos de tracción. Según estos autores, la tensión acumulada en la partícula se estima en $\sigma_p = 2,14\alpha\mu\epsilon^*$, donde μ es el módulo de cizalla de la matriz de Al. A deformaciones muy bajas ($\epsilon < 0,007$) la tensión acumulada en la partícula aumenta linealmente con ϵ , es decir, $\epsilon^* = \epsilon$. Cuando $\epsilon > 0,007$, comienzan fenómenos de relajación alrededor de la partícula debido a la restauración dinámica y σ_p aumenta más lentamente con ϵ . En este caso, ϵ^* viene dada por la ecn. (5.13), siendo $\epsilon \cong N$ para $2\phi=90^\circ$:

$$\epsilon^* = \epsilon_c + \frac{C_1}{2,14\alpha} \sqrt{\frac{b}{f} \left(C_2 + \frac{C_3}{l_0} \right) (\epsilon - \epsilon_c)} \quad (5.13)$$

donde $C_1 = 1,25$ y $C_2 = 0,05 \mu m^{-1}$ son constantes relacionadas con la actividad de las dislocaciones en la matriz de Al alrededor de la partícula. $C_3 = 2$ es un valor constante; $f = 0,07$ es la fracción de Si en la aleación; $b = 0,286$ nm es el módulo del vector de Burgers del Al; $\epsilon_c^* = 0,007$ y l_0 es el tamaño de celda de dendrita. La probabilidad, p , de fragmentación de la partícula será:

$$p = 1 - \exp \left[- \frac{D^3}{a_y^3} \left(\frac{2,14\alpha\mu\epsilon^*}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (5.14)$$

En las ecns. (5.13) y (5.14) se han introducido los datos de D y α mostrados en la Fig. 5.40 y de $l_0=l_Y$ dados en la Tabla 5.2 para 1, 4 y 8 pasadas. Los valores de las constantes para la aleación Al-7%Si se han extraído de los empleados para la aleación Al 356 [146]. Así, los valores utilizados son $\mu=26,2$ GPa; $m=3$; $\sigma_0 = 3$ GPa.

Los resultados de los cálculos se han representado en la Fig. 5.41. La probabilidad de que las partículas se fragmenten durante la primera pasada es prácticamente la unidad. A medida que se realizan pasadas, p baja debido a que los fragmentos son cada vez más pequeños y con menor relación de aspecto. La bajada en p confirma que a medida que se realizan pasadas, es más difícil romper

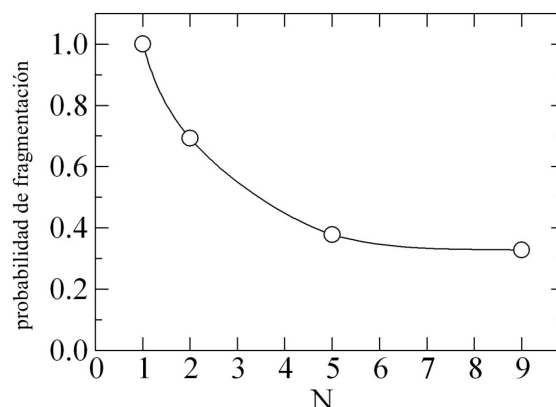


Fig. 5.41. Probabilidad de fragmentación de las partículas de Si de la aleación Al-7%Si estudiada frente a N durante el procesado por ECAP.

los fragmentos resultantes. Dado que estos cálculos están basados en una serie de asunciones geométricas y se han utilizado datos obtenidos por otros investigadores, los valores numéricos han de interpretarse con prudencia.

5.3.4 Propiedades mecánicas a temperatura ambiente

5.3.4.1 Resistencia

La deformación plástica severa en las muestras de colada produce un aumento de la resistencia del material. Este aumento de la resistencia con N se observa en la evolución de $\sigma_{0,2}$ y σ_{\max} de los ensayos de tracción de probetas obtenidas por las cuatro rutas (Tablas 5.8 y 9) a T_a . En las primeras pasadas, tanto $\sigma_{0,2}$ como σ_{\max} aumentan rápidamente, pero ya en la cuarta pasada alcanzan un valor de saturación de $\sigma_{\max} = 240$ MPa. Al comparar los valores de $\sigma_{0,2}$ y σ_{\max} obtenidos a partir de probetas de las cuatro rutas de procesado, no se observan diferencias significativas entre estas rutas que sugieran que una ruta sea más o menos efectiva en el endurecimiento de la aleación. Atendiendo a las curvas de tracción σ - ϵ (Figs. 5.27 y 5.28), las probetas de colada muestran endurecimiento por deformación hasta la fractura de la probeta. En cambio, las probetas procesadas prácticamente no endurecen por deformación en tracción debido a que el endurecimiento se produjo durante el procesado. El aumento de la resistencia se

atribuye principalmente al endurecimiento por tamaño de grano fino del Al a través de la ecn. (1.1).

El efecto que tiene la precipitación de Si inducida por deformación sobre el afino de grano del Al primario durante el procesado influye directamente en las medidas de dureza. Esto se observa al comparar los valores de HV en el Al primario de las muestras C, Q y S dados en la (Tabla 5.7). En el estado inicial las muestras más duras son las muestras C (HV=42); seguida de las muestras Q (HV=37) y la muestra S (HV=34). Esta pequeña diferencia se asocia a la contribución de Si en solución sólida en la dureza del Al primario. El tamaño final de grano de las muestras S después de 4 pasadas por ruta B_C es de 0,9 μm y se obtiene HV=46, valores muy cercanos al tamaño de grano ($\sim 1 \mu\text{m}$) y dureza (HV=40) típicas del Al puro sometido al mismo procesado [22]. En cambio, los tamaños de grano de 0,49 y 0,65 μm desarrollados en las muestras C y Q, respectivamente, condujeron a un incremento de la dureza en el Al primario hasta HV=72 y 62, respectivamente, siendo ambos valores superiores a los medidos en la muestra S procesada. Por lo tanto, dado que el afino de grano está directamente afectado por la precipitación de Si, para conseguir el máximo incremento de resistencia durante el procesado por ECAP es imprescindible la presencia de cierta cantidad Si en solución sólida.

5.3.4.2 Ductilidad

En general las aleaciones de Al-Si de colada son poco dúctiles debido a la alta heterogeneidad de las microestructuras resultantes. Hay dos factores que tienen un efecto fundamental en la ductilidad de estas aleaciones. Por un lado está el tamaño y morfología de las partículas de Si que forman el constituyente eutéctico, y por otro la distribución de los constituyentes eutéctico y primario. Son dos factores críticos en los mecanismos que intervienen en la fractura de las probetas. En las aleaciones Al-Si, la generación del daño durante la deformación plástica tiene lugar principalmente por fragmentación de las partículas de Si [146,147]. En materiales compuestos reforzados por partículas, otros mecanismos de generación de huecos son descohesión matriz-partícula e inestabilidad plástica de la matriz alrededor de las partículas [148]. Sin embargo, en un estudio estadístico sobre la fragmentación de partículas de Si en una aleación Al-7%Si-0,4%Mg comercial se mostró que el daño se generaba mayoritariamente por fragmentación de las partículas de Si eutéctico [146]. El mecanismo de generación

de daño se esquematiza en la Fig. 5.42. La Fig. 5.42a representa el constituyente eutéctico de una aleación Al-Si, compuesto de partículas de Si (color negro) en una matriz de Al (color gris). Cuando se somete a deformación, las partículas de Si se fragmentan debido a la acumulación de tensiones dando lugar a microhuecos (Fig. 5.42b). A deformaciones suficientes, hay coalescencia de microhuecos debido al fallo de la matriz de Al entre ellos dando lugar a microgrietas (Fig. 5.42c). Cuando se ha acumulado una fracción de daño determinada, las microgrietas se vuelven plásticamente inestables y la grieta se propaga catastróficamente por el camino energéticamente más favorable.

Por un lado, se puede mejorar la ductilidad de la aleación modificando la morfología de las partículas de Si del constituyente eutéctico. Como ya se ha explicado en el ap.5.3.3, cuanto más pequeñas y equiaxiales sean las partículas, más difícilmente se fragmentan durante la deformación plástica. Tamaños menores y morfologías equiaxiales retardan la generación de daño por fragmentación de las partículas. Como resultado, se produce un aumento de la ductilidad. Algunos de los procesos mediante los que se controla el tamaño y morfología de las partículas de Si consisten en adiciones de elementos modificadores como Na, Sr o Ti [134,149,150], uso de diferentes velocidades de solidificación [151] o tratamientos térmicos que producen la esferoidización de las fibras de Si en una aleación previamente modificada [152]. Por otro lado, la distribución de los constituyentes primario y eutéctico afecta a la propagación y coalescencia de las microgrietas, de modo que cuanto más heterogénea es la

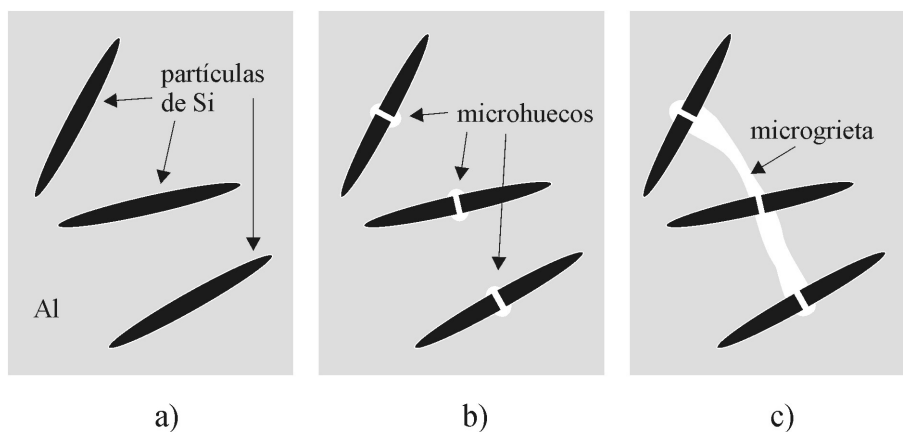


Fig. 5.42. Esquema del mecanismo de generación de daño en constituyente eutéctico de aleaciones Al-Si

microestructura menos dúctil es la probeta. Normalmente, la obtención de microestructuras más homogéneas por colada se consigue disminuyendo el tamaño de celda de dendrita mediante el aumento de la velocidad de solidificación [134,146,153].

Según se observa en las Figs. 5.27 y 28 en las muestras procesadas por ECAP mediante las rutas monotónicas se ha producido una mejora importante en la ductilidad respecto al material de partida. Como ya se ha mencionado, cuando un material procesado por SPD se somete a un ensayo de tracción, se parte de una microestructura muy deformada, y por lo tanto el endurecimiento por deformación es bajo. Como resultado, normalmente se observa un aumento de la resistencia acompañado de una disminución de la ductilidad [21]. El hecho de que las probetas 8pA y 8pB_A, a pesar de no mostrar endurecimiento por deformación, tengan mayor ductilidad que las probetas de partida puede parecer contradictorio si se comparan con lo comúnmente observado en metales puros y otras aleaciones. No obstante, factores como la fragmentación de las partículas de Si y la redistribución geométrica de los constituyentes tienen un efecto fundamental en la ductilidad en tracción del material. Estos factores no afectan a la mayoría de los materiales comúnmente estudiados en la literatura de ECAP, que son principalmente metales puros y aleaciones con poca presencia de segundas fases [21]. Sin embargo, son de vital importancia en aleaciones de este tipo y se explican a continuación.

La fragmentación de las partículas de Si durante el procesado dificulta que éstas se fragmenten en posteriores deformaciones en tracción, disminuyendo así la generación de daño por el mecanismo de fragmentación. Mediante la aplicación de la ecn. (5.14) se puede estimar la probabilidad de fragmentación de las partículas de Si durante los ensayos de tracción. Los parámetros y constantes a introducir en la ecn. (5.14) son los mismos que en el caso de deformación por ECAP, excepto el valor de la deformación ϵ , que en este caso es el valor de la deformación a fractura ϵ_F registrado en los ensayos de tracción para ruta A, dados en la Tabla 5.10. La probabilidad p se ha representado en la Fig. 5.43 frente al número de pasadas (N). En las muestras de partida la probabilidad de que las partículas se fragmenten es prácticamente la unidad, pero a medida que se realizan pasadas, p disminuye debido a la fragmentación de las partículas hasta $p = 0,1$ después de 8 pasadas. En virtud de estos cálculos, es de esperar que la generación de daño por fragmentación de partículas sea muy inferior en las muestras procesadas que en la microestructura de partida. Como consecuencia, la

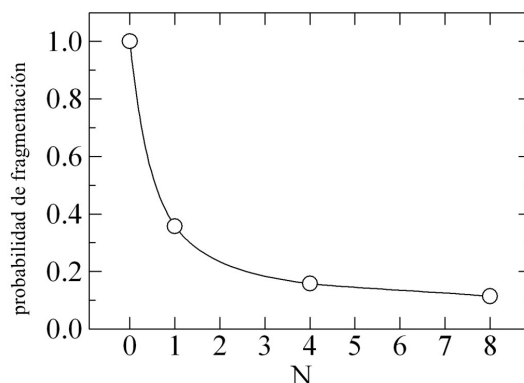


Fig. 5.43. Probabilidad de fragmentación de las partículas de Si de la aleación Al-7%Si estudiada frente a N durante los ensayos de tracción a T_a .

generación de daño en la microestructura se retarda, por lo que es predecible una mejora en la ductilidad en los materiales procesados. También se produce un cambio en el mecanismo de generación de huecos dando paso a otros mecanismos, ya mencionados anteriormente, como descohesión matriz-partícula o fallo de la matriz, que toman el relevo.

Como no se han encontrado diferencias en la fragmentación de partículas entre las rutas de procesado es de esperar un comportamiento similar en generación de daño. Por lo tanto, teniendo en cuenta las grandes diferencias de ductilidad registradas en los ensayos de tracción, el factor que más influye es la redistribución de los constituyentes, que afecta a la propagación de la grieta final. En la aleación de partida la propagación de la grieta final tuvo lugar a través del constituyente eutéctico, que es una vía para la propagación fácil (Fig. 5.29).

Las probetas de material 8p B_C muestran valores de $\varepsilon_F \cong 0,11$, menor que el alcanzado por el material de partida $\varepsilon_F \cong 0,12$. De acuerdo con la metalografía de una probeta ensayada de 8pB_C (Fig. 5.29b) la propagación de la grieta final tuvo lugar a través del constituyente eutéctico bordeando las dendritas originales de Al primario. Esto es debido a que, mediante las rutas B_C y C no se produce redistribución de los constituyentes tras ciclos de 4 pasadas y 2 pasadas, respectivamente. Como consecuencia, la misma vía de propagación fácil de grieta a través del constituyente eutéctico sigue estando presente después del procesado por las rutas redundantes. Por ello, en los ensayos de tracción la grieta final se propaga a través del constituyente eutéctico al igual que en el material de partida.

En el caso de las muestras procesadas por rutas monotónicas $8pA$ y $8pB_A$, las probetas de tracción muestran la misma resistencia pero el doble de ductilidad que las probetas procesadas por rutas redundantes, $\varepsilon_F \cong 0,22$. De acuerdo con las metalografías mostradas en Fig. 5.29c y d, la propagación de la grieta final ha tenido lugar a través de ambos constituyentes, el eutéctico y el primario. Después de 8 pasadas mediante rutas A y B_A los constituyentes se han redistribuido geoméricamente como se puede ver en las Figs. 5.4 y 6, y el eutéctico forma un ángulo con el eje de tracción de $\theta \cong 3^\circ$ y $\cong 7^\circ$ respectivamente. En ambos casos, la grieta habría de avanzar casi paralelamente al eje de tracción para propagarse a través del eutéctico, lo que es energéticamente desfavorable. Por lo tanto, la grieta se ve forzada a propagarse también a través del constituyente primario, que, al ser más tenaz que el eutéctico, supone una barrera para su propagación. Como resultado, la muestra es más dúctil que el material procesado por rutas redundantes, e incluso que el material de partida.

El efecto del número de pasadas, N , en la ductilidad de las probetas depende de la ruta de procesado. Mediante rutas monotónicas A y B_A (Fig. 5.27a y b) se observa un incremento de la ductilidad a medida que se realizan pasadas. Por un lado, a medida que N aumenta, las partículas del eutéctico se van fragmentando. Sin embargo, el aumento de la ductilidad se debe principalmente a la redistribución de los constituyentes. A medida que N aumenta los constituyentes se van inclinando y alargando hacia el eje X , lo que provoca el cambio en la dirección de propagación de la grieta que ha de avanzar a través de ambos constituyentes. Por otro lado, mediante rutas redundantes B_C y C , se recupera la microestructura dendrítica original cada 4 y 2 pasadas respectivamente. Por lo tanto, el constituyente eutéctico siempre va a suponer una vía de propagación fácil de grieta. Es por esto por lo que no se observa un aumento gradual de la ductilidad con N como en las rutas monotónicas.

Resumiendo, se han analizado las propiedades mecánicas a T_a de una aleación $Al-7\%Si$ procesada por ECAP. El procesado mediante cuatro rutas de procesado conduce a un incremento de $\sigma_{0,2}$ y σ_{max} del ~ 100 y $\sim 55\%$, respectivamente, similar en las cuatro rutas debido al afino de grano del Al . Se ha mostrado que para optimizar el endurecimiento de la aleación es necesaria la presencia de Si en solución sólida, que precipite durante el procesado. En cuanto a la ductilidad, es predecible un cambio en el mecanismo de generación de daño en las muestras de ECAP a medida que se realizan pasadas debido a la fragmentación de las partículas de Si presentes en el eutéctico. Se observan diferencias muy

grandes entre las rutas monotónicas A y B_A y redundantes B_C y C, como se observa en las Figs. 5.27 y 28. Las primeras se muestran más efectivas debido a la redistribución geométrica de los constituyentes, que modifica el camino de propagación de la grieta, por lo que se recomienda su utilización para una futura aplicación de ECAP para procesar aleaciones de este tipo. La mejor ductilidad se observa en la probeta 8pA, con un incremento del 80%. El área bajo la curva de tracción del material procesado 8pA se ha incrementado ~140% con respecto al de partida (ver Tabla 5.11). Como consecuencia del procesamiento se produce una mejora considerable de la tenacidad de la aleación, uno de los puntos débiles de las aleaciones de colada.

Teniendo en cuenta estos datos, ECAP resulta ser una muy buena alternativa para el procesamiento de aleaciones de Al-Si. Ya que tradicionalmente han sido aleaciones típicas de colada, este procesamiento les abre la puerta para nuevas aplicaciones.

5.3.5 Comparación con muestras de HPT

La aleación Al-7%Si se sometió a un procesamiento por HPT. De este modo, se ha podido comparar el desarrollo microestructural producido por ambos procesados por ECAP y HPT. Los conceptos objeto de comparación han sido la redistribución de los constituyentes, la fragmentación de las partículas de Si eutécticas y el afino de grano en el Al primario.

La redistribución de los constituyentes primario y eutéctico está influenciada por la zona del disco. En concreto, dado que la redistribución tiene lugar como resultado de la deformación de cizalla, y esta depende de la distancia al centro del disco, la redistribución es un reflejo de la ecn. (2.19). En la zona central (Fig. 5.10a y b), la deformación es pequeña y es debida, en su mayor parte, a la compresión inicial de la probeta, que no produce redistribución en el plano de observación. Como resultado, los constituyentes muestran la torsión alrededor del eje central, pero permanecen claramente distinguibles. En las zonas periféricas del disco (Fig. 5.10c y d) la distribución de partículas de Si eutéctico se muestra muy homogeneizada. Contrastando con lo observado en las muestras de ECAP en las Figs. 5.4-7, los constituyentes primario y eutéctico son indistinguibles en la periferia de la muestra después del procesamiento. La razón principal por la que HPT ha sido más eficaz es la cantidad de deformación de cizalla acumulada durante la torsión. Mientras que la deformación de cizalla en ECAP fue $\gamma=16$ después de 8

pasadas, en la periferia de un disco HPT es mucho más elevada ($\gamma \sim 180$ según la ecn. (2.19)), asumiendo que el disco no desliza en el interior del sistema de HPT. Deformaciones de cizalla tan elevadas producen el aplastamiento de las celdas de dendrita originales a espesores menores que el tamaño de las partículas de Si, lo que se traduce en la homogeneización de la distribución por redistribución geométrica (Fig. 5.38). Mediante ECAP, al tratarse igualmente de deformación de cizalla, sería posible una homogeneización total, pero solamente mediante el uso de una ruta monotónica y un número de pasadas mayor que las realizadas en el presente trabajo.

El cambio morfológico de las partículas de Si eutécticas durante el procesado HPT se debe parcialmente a fragmentación, pero el cambio más notable es su engrosamiento respecto al estado de partida. Este hecho se observa por simple comparación visual de las imágenes MEB del material de partida (Fig. 5.11) con la del disco HPT (Fig. 5.18). Las dimensiones de las partículas de Si de los discos procesados revelan un engrosamiento respecto a las partículas del material de partida que pasan de un diámetro equivalente $D \sim 2,8 \mu\text{m}$ hasta $\sim 3,9 \mu\text{m}$. La relación de aspecto disminuye de $\alpha \cong 6$ hasta $\cong 1,4$. Este efecto es sorprendente, ya que se esperaba una fragmentación de las partículas más eficaz que mediante ECAP debido a la mayor severidad del procesado. Tal engrosamiento sólo se puede deber a que el procesado se haya realizado a una temperatura lo suficientemente alta que permita la difusión del Si. A pesar de que el procesado se realizó a T_a , sin ningún sistema calefactor aplicado sobre la muestra, el engrosamiento de las partículas se atribuye al calentamiento de la probeta durante el procesado HPT [85].

Durante el procesado, la disipación del calor a través de los yunques del sistema HPT no fue tan rápida como la generación de calor debido a la deformación plástica severa. Este resultado supone la primera constatación en la literatura de HPT de que las muestras sufren calentamiento adiabático durante la deformación. Hasta el momento todos los resultados se han explicado asumiendo que la deformación tenía lugar a T_a , por lo que la prueba de calentamiento de la probeta aporta un factor importante a tener en cuenta para futuras investigaciones en HPT. Mediante tres aproximaciones independientes basadas en la evolución microestructural, se estimó un aumento de $\sim 120\text{-}150 \text{ K}$ en la temperatura de la probeta [85]. Mediante ECAP, no se observó tal engrosamiento de las partículas ya que la velocidad de deformación es mucho más lenta y hay mejor disipación

del calor generado por la deformación. Este hecho sugiere que velocidades de rotación más lentas durante HPT evitaría el engrosamiento de las partículas de Si.

El afino de grano en el Al durante HPT tiene lugar debido a la deformación severa producida durante el procesado. Como se aprecia en las imágenes de la Fig. 5.19a, ha tenido lugar precipitación inducida de Si proveniente de solución sólida en el Al primario por la deformación realizada en el procesado. Dicha precipitación de Si ha condicionado el tamaño final de grano de $\sim 0,4\mu\text{m}$. La precipitación de Si primario seguramente se ha visto impulsada por el aumento de la temperatura de la muestra durante el procesado. Sin embargo, alrededor de algunas partículas de Si eutéctico existe una región de la matriz de Al sin presencia de Si precipitado. La ausencia de Si precipitado justo alrededor de las partículas de Si eutéctico se atribuye a que, como consecuencia del aumento de T se produce difusión del Si en solución sólida hacia las partículas de Si eutéctico. En estas regiones de la matriz de Al, el afino de grano es menor, como ocurre en la muestras S procesadas por ECAP (Fig. 5.14c y d). Al no haber precipitados que dificulten el movimiento de las dislocaciones, el tamaño de grano final es ~ 2 veces mayor que en zonas donde se observa precipitación de Si. Este engrosamiento se evitaría utilizando velocidades de rotación menores.

Capítulo 6

Conclusiones

6 Conclusiones

6.1 Al 7075

Se ha procesado una aleación Al 7075 sobreenviejecida mediante ECAP en una matriz de ángulo $2\phi=90^\circ$ por ruta B_C a diferentes deformaciones acumuladas y temperaturas de procesado, y por HPT a T_a. Las muestras procesadas se han caracterizado microestructural y mecánicamente a varias temperaturas de ensayo y se han extraído las siguientes conclusiones:

- 1.- Durante el procesado por ECAP se produce un afino de grano hasta ~150 nm debido a la deformación acumulada. El tamaño de grano final es menor que en Al puro en todos los estados de procesado estudiados debido al efecto en la actividad de las dislocaciones de una distribución de precipitados de Mg(Zn₂AlCu) y Al₁₈Mg₃Cr₂ con tamaños de 100-300 nm.
- 2.- Cuanto mayor es la deformación acumulada y menor la temperatura de procesado, es decir, cuanto mayor es la severidad del procesado, menor es el tamaño de grano resultante. Durante el procesado a una temperatura fija, el tamaño de grano disminuye a medida que aumenta la deformación sin alcanzarse claramente un tamaño de saturación. El menor tamaño de grano observado fue del ~150 nm en las muestras 3p 80°C y 8p 130°C.
- 3.- El análisis de la microtextura revela que la textura del material evoluciona a una textura de deformación por cizalla. A medida que aumenta la deformación aumenta la población de fronteras de grano de ángulo alto. La fracción mayor de HABs fue 56%, en la muestra 8p 130°C. Este valor es inferior al normalmente medido en Al puro sometido al mismo procesado (70%).
- 4.- Cuanto mayores son la deformación acumulada y la severidad del procesado, mayor es la resistencia y menor la ductilidad de las probetas a T_a. El aumento de la resistencia se atribuye principalmente a un endurecimiento por afino de (sub)grano. La resistencia más alta fue de 440 MPa y se observó en la muestra 8p 130°C. La disminución de la ductilidad se debe a la pérdida de capacidad de endurecimiento por deformación.
- 5.- Se ha delimitado un intervalo de temperaturas intermedias hasta una temperatura máxima de 300°C en la que se conserva un tamaño de grano fino tras los ensayos mecánicos. En dicho intervalo se observan

alargamientos superiores y exponentes de la tensión menores que los obtenidos en la aleación de partida. A temperaturas en torno a 350°C y superiores, el grano crece por encima de 30 μm y la aleación procesada se comporta como la de partida.

- 6.- Cambios en los valores de n_{ap} desde ~ 13 a ~ 3 y de Q_{ap} desde ~ 190 a ~ 130 kJ/mol indican un cambio en el mecanismo de deformación en el intervalo de temperaturas de elevada ductilidad. El mecanismo responsable del aumento de la ductilidad es el deslizamiento de fronteras de grano. La desviación de los valores del exponente de la tensión y de la energía de activación de los valores esperados para este mecanismo se debe a la influencia del crecimiento de grano ocurrido durante los ensayos mecánicos.
- 7.- Cuanto mayores son la deformación acumulada y la severidad del procesado, mayor es la contribución del DFG a la deformación total, aumentando el alargamiento a rotura y disminuyendo n_{ap} y Q_{ap} . Esto se debe a un menor tamaño de grano y mayor fracción de fronteras de grano de alto ángulo.
- 8.- Se ha establecido un récord de máximo alargamiento a las temperaturas de ensayo estudiadas en la aleación de Al 7075 procesada por ECAP. El máximo alargamiento es 320% en las probetas de 8p 130°C ensayada a 300°C y 10^{-3} s^{-1} . Además, se observa superplasticidad a alta velocidad de deformación, al superar el 200% de alargamiento a velocidades de deformación de 10^{-2} s^{-1} .
- 9.- Las temperaturas del pico superplástico son 250 y 300°C, temperaturas que son 200°C más bajas que las habituales, dificultando el engrosamiento de la microestructura deformada. Esto evita la necesidad de introducir Sc y Zr en la composición y abre una nueva ventana de procesado en la aleación Al 7075.
- 10.- Mediante el procesado de la aleación por HPT a T_a se ha desarrollado una microestructura más fina y equiaxial que por ECAP. El tamaño de grano final es $\sim 100 \text{ nm}$. Como resultado del afino de grano, las medidas de dureza indican un incremento superior incluso al obtenido durante tratamientos T6 de la aleación Al 7075. Las medidas de dureza a lo largo de un diámetro del disco HPT reflejan la simetría axial de la deformación producida por HPT.
- 11.- Mediante ensayos de punzón semiesférico, se ha comparado el comportamiento mecánico de muestras procesadas mediante ECAP con el

de muestras procesadas por HPT. Las muestras procesadas mediante HPT muestran una ductilidad superior y exponentes de la tensión, $n_{ap} \sim 2,5$, inferiores a las muestras procesadas por ECAP. El mayor afino de grano conseguido mediante HPT supone una contribución mayor del mecanismo de DFG, confirmando su operación en las muestras procesadas por ECAP.

6.2 Al-7%Si

Se han procesado a T_a muestras de una aleación Al-7%Si de colada mediante ECAP de 1 a 8 pasadas utilizando cuatro rutas de procesado: A, B_A, B_C y C. Muestras de la misma aleación fueron procesadas por HPT a T_a . Las muestras procesadas se han caracterizado microestructural y mecánicamente a temperatura ambiente y se han extraído las siguientes conclusiones:

Distribución de los constituyentes

- 1.- El constituyente eutéctico actúa como marcador natural de la deformación macroscópica. Ha permitido observar por primera vez el efecto de las diferentes rutas de procesado (A, B_A, B_C y C) en la deformación macroscópica sufrida por los constituyentes después de 8 pasadas de ECAP.
- 2.- Las rutas monotónicas A y B_A provocan un alargamiento progresivo de los constituyentes primario y eutéctico con la deformación, que tienden a situarse paralelos a la dirección del canal de salida. Por el contrario, las rutas redundantes B_C y C suponen el restablecimiento de la distribución de los constituyentes tras ciclos de 4 y 2 pasadas, respectivamente.
- 3.- Se ha creado un modelo geométrico de la deformación para morfologías de grano esférico durante el procesado por ruta A. Las predicciones de este modelo han sido confirmadas por medidas experimentales de la inclinación y espesor de las celdas de dendrita, realizadas en zonas de las probetas de ECAP alejadas de los efectos de la fricción con las paredes del canal.
- 4.- Dicho modelo geométrico de la ruta A se ha extendido para predecir la deformación sufrida por morfologías de grano alargadas. Se predice una evolución diferente dependiendo de la orientación inicial de los granos con respecto al eje de extrusión. En muestras con granos alargados perpendicularmente al eje de extrusión, el acercamiento de las fronteras de grano de ángulo alto tiene consecuencias en el mecanismo de afino de grano.

- 5.- A T_a , el procesado ECAP realizado no produjo homogeneización de la distribución de las partículas de Si y Al_5FeSi tal y como ha sido observado por otros investigadores en procesados a alta temperatura mediante ruta B_C . Las rutas redundantes B_C y C producen el restablecimiento de la distribución original de los constituyentes en ciclos de 4 y 2 pasadas, respectivamente. El procesado mediante rutas monotónicas, A y B_A , produce la redistribución geométrica de los constituyentes que, tras un número superior de pasadas al realizado en este trabajo, homogeneizaría completamente la distribución, como predice el modelo.

Microestructura del constituyente primario

- 6.- Los datos de microtextura indican que el mecanismo de afino y de generación de fronteras de grano de ángulo alto depende de la ruta utilizada. La ruta A implica el alargamiento progresivo de las dendritas de Al primario. Las fronteras de grano de ángulo alto (HABs) se generan adicionalmente mediante el desarrollo de variantes gemelas de varias orientaciones de cizalla.
- 7.- En muestras de colada, C, y templadas, Q, con cierta cantidad de Si disuelto en el Al primario, se observa precipitación inducida por la deformación severa. En muestras recocidas y enfriadas lentamente, S, no se observa precipitación de Si al no quedar en solución sólida por haber tenido tiempo de difundir hacia el Si eutéctico durante el enfriamiento lento.
- 8.- El tamaño de grano final en muestras en las que se observa precipitación inducida de Si (C y Q) es de 0,5 y 0,65 μm . En cambio, en muestras en las que no se observa precipitación de Si (S), el tamaño de grano final es 0,9 μm , comparable al de Al puro procesado en las mismas condiciones. El mayor afino es consecuencia de la precipitación inducida de Si, y es independiente de las partículas de Si eutéctico.

Microestructura del constituyente eutéctico

- 9.- Las partículas de Si eutéctico se fragmentan considerablemente debido a la deformación severa. Tras 8 pasadas, el diámetro equivalente en área de partícula disminuye de $\sim 2,5$ hasta ~ 1 μm , y la relación de aspecto de ~ 5 hasta ~ 2 , independientemente de la ruta de procesado. Se observa una

saturación en la fragmentación de partículas debido a que cuanto menores y más equiaxiales son las partículas, más difícil es fragmentarlas.

Propiedades mecánicas

- 10.- En muestras C y Q procesadas, se obtienen valores de dureza en el interior de las celdas de dendrita primarias de HV~72 y 62 respectivamente. Este valor es mayor que el obtenido en muestras sin Si disuelto (muestras S) donde HV ~ 45. La diferencia en dureza se atribuye principalmente a la diferencia de tamaño de (sub)grano como consecuencia de la precipitación de Si inducida por la deformación plástica severa.
- 11.- Se observa un incremento del límite elástico y la resistencia en tracción de las probetas a medida que se realizan pasadas en las cuatro rutas de procesado. No se encuentran diferencias apreciables entre rutas de procesado. Después de 8 pasadas mediante las cuatro rutas, $\sigma_{0,2}$ y σ_{\max} se han incrementado ~ 100% y ~ 55% respectivamente.
- 12.- La fragmentación de las partículas de Si y Al_5FeSi , debida a la deformación severa, afecta al mecanismo de generación de daño durante la deformación en tracción. En la aleación de partida, la generación de microhuecos tiene lugar por fragmentación de las partículas presentes en el eutéctico con morfologías inicialmente alargadas. Tras 8 pasadas, dado que las partículas son pequeñas y equiaxiales, son más resistentes a la fragmentación y la generación de microhuecos es más lenta y homogénea. Por lo tanto, en este caso, la generación de daño tiene lugar por otros mecanismos como descohesión matriz-partícula o fallo de la matriz de Al alrededor de la partícula.
- 13.- Hay un efecto considerable de la ruta en la ductilidad de las muestras procesadas. En las probetas de la aleación de partida ($\epsilon_F \cong 0,14$) la propagación de la grieta tiene lugar a través del constituyente eutéctico, que es una vía de propagación fácil. En probetas procesadas mediante rutas redundantes, B_C y C, dado que no hay redistribución de los constituyentes, la grieta se propaga igualmente a través del constituyente eutéctico y la ductilidad es menor ($\epsilon_F \cong 0,11$) que en las probetas de partida. Sin embargo, las probetas procesadas mediante rutas monotónicas, A y B_A, muestran ductilidades mayores ($\epsilon_F \cong 0,22$) que las mostradas por las probetas de la aleación de partida ($\epsilon_F \cong 0,14$). Esto se atribuye a que, como consecuencia

de la redistribución de los constituyentes, la grieta final se ve forzada a propagarse también a través del Al primario. Al ser más tenaz que el eutéctico, el primario actúa como barrera a la propagación de la grieta y el material procesado monotónicamente aumenta su ductilidad.

Comparación con muestras procesadas por HPT

- 14.- La distribución de los constituyentes después del procesado por HPT refleja la simetría axial del procesado. En el centro de los discos la deformación es pequeña, y los constituyentes permanecen perfectamente distinguibles. La elevada deformación de cizalla producida por HPT en la periferia de los discos resulta en el aplastamiento de las dendritas originales a espesores menores que el tamaño de las partículas de Si eutécticas. El resultado es la homogeneización de la distribución de partículas por redistribución geométrica similar a la predicha para ruta A.
- 15.- El engrosamiento de las partículas de Si eutécticas y la existencia de zonas libres de precipitación inducida de Si alrededor de éstas son evidencias del calentamiento de la muestra durante el procesado HPT de hasta 150°C.
- 16.- De nuevo, las zonas libres de precipitación inducida de Si en el Al, localizadas alrededor de las partículas de Si eutéctico, presentan un tamaño de grano mayor ($\sim 0,7 \mu\text{m}$) que en las zonas donde el Si ha precipitado ($\sim 0,4 \mu\text{m}$), confirmando el papel fundamental de la precipitación inducida de Si en el afino de grano de la aleación.

Apéndices

Apéndice 1: Cálculo de la velocidad de deformación en los ensayos HPT

Los ensayos SPT realizados en la presente investigación, se han llevado a cabo a velocidad de desplazamiento del punzón, v , constante. La velocidad de deformación, $\dot{\varepsilon}$, se puede expresar, en función de v , mediante la siguiente expresión basada en:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\partial \varepsilon}{\partial t} = v \frac{\partial \varepsilon}{\partial d} \quad (A1.1)$$

donde d es el desplazamiento del travesaño de la máquina de tracción.

Por otro lado, la deformación viene dada por la disminución de espesor de las muestras ensayadas mediante la siguiente expresión:

$$\varepsilon = \ln \left(\frac{h_0}{h_f} \right) \quad (A1.2)$$

donde h_0 es el espesor inicial de las probetas, y h_f el espesor final. La dependencia de h_f con respecto a d se ha estimado atendiendo a la geometría del ensayo SPT como se explica a continuación.

En los ensayos SPT, el espesor del volumen de muestra en contacto con la bola de acero de radio R , es mayor que el volumen de muestra despegada de la bola, debido al efecto de la fricción. Para simular este efecto de la fricción en ε , se ha asumido que un volumen de muestra deja de deformarse una vez entra en contacto con la bola de acero, ya que las superficies no pueden deslizarse. De acuerdo con lo anterior, la geometría del ensayo SPT se ha representado en la Fig. A1.1 en dos dimensiones. El área de muestra en contacto con la bola de acero subtende un ángulo θ , que depende del desplazamiento d de acuerdo con la siguiente expresión:

$$d = R \cdot [1 - \cos(\theta)] + \tan(\theta) \cdot [x_0 - R \cdot \sin(\theta)] \quad (A1.3)$$

La estimación de h_f se basa en la conservación del área de una sección deformada de la muestra. Previamente a la deformación, el área es A_0 , y corresponde a un rectángulo de dimensiones $h_0 \cdot x_0$. En una muestra deformada, el

área A_0 se conserva, y es igual a la suma del área en contacto con la bola de acero (A_C), de un trapecio (A_{TR}) y de un triángulo (A_T). El área de estas tres porciones se expresa, en función de θ , h_0 , h_f y R , de acuerdo con las siguientes expresiones:

$$A_C = 0.5 \int_0^\theta [(R + h_f(\theta))^2 - R^2] d\theta \quad (A1.4)$$

$$A_{TR} = [h_f + h_0 \cdot \cos(\theta)] \cdot L / 2 \quad (A1.5)$$

$$A_T = 0.5 \cdot h_0^2 \cdot \sin(\theta) \cdot \cos(\theta) \quad (A1.6)$$

donde L es la base del trapecio de área A_{TR} .

La obtención de una expresión de h_f en función de d mediante la simplificación de la expresión $A_C + A_{TR} + A_T = h_0 \cdot x_0$ es complicada y se optó por hacer un ajuste a una función polinómica. El ajuste se realizó en un intervalo de θ $[0, \pi/2)$ y se introdujeron los siguientes valores de las constantes en las ecn. A1.3-6: $R=1,2$ mm, $x_0=2$ mm; $h_0=0,5$ mm. El resultado se muestra en la ecn. A1.7.

$$h_f = 0,002d^6 - 0,0224d^5 + 0,088d^4 - 0,1236d^3 - 0,0168d^2 - 0,0075d + 0,5 \quad (A1.7)$$

Por último, la velocidad de deformación equivalente a la velocidad v a un cierto valor de d_e , se obtiene sustituyendo las ecn. A1.2 y 7 en A1.1 para dicho valor d_e . En la presente investigación se ha estimado el valor de $\dot{\epsilon}$ correspondiente a $v_1=0,04$ y $v_2 = 0,004$ mm·s⁻¹, siendo $d_e=1,4$ mm. El resultado es $\dot{\epsilon}_1 = 2,1 \cdot 10^{-2}$ s⁻¹ y $\dot{\epsilon}_2 = 2,1 \cdot 10^{-3}$ s⁻¹ respectivamente.

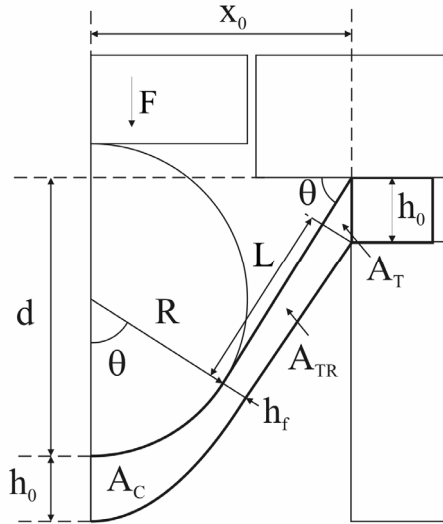


Fig. A1.1. Base geométrica del ensayo SPT utilizada en el cálculo de la velocidad de deformación.

Apéndice 2: Cálculo del ángulo de inclinación del eje mayor y de la longitud del eje menor de una elipse mediante análisis matricial.

Para el desarrollo del modelo geométrico presentado en el capítulo 5, fue necesario el cálculo del ángulo de inclinación del eje principal mayor de una elipse (ángulo β), y de la longitud del eje principal menor (longitud w). Para ello se ha procedido como se muestra a continuación.

La elipse es una cónica, y como tal es el lugar geométrico de los puntos del plano (x,y) que satisfacen la siguiente ecuación:

$$Bx^2 + Cy^2 + Dxy + Fx + Gy + H = 0 \quad (A2.1)$$

La ecuación de una cónica se puede escribir en forma matricial como:

$$(1 \quad x \quad y) \begin{pmatrix} a_{00} & a_{01} & a_{02} \\ a_{10} & a_{11} & a_{12} \\ a_{20} & a_{21} & a_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 \\ x \\ y \end{pmatrix} = 0 \quad (A2.2)$$

donde $a_{00}=H$, $a_{11}=B$, $a_{22}=C$, $a_{12}=a_{21}=\frac{D}{2}$, $a_{01}=a_{10}=\frac{F}{2}$, $a_{02}=a_{20}=\frac{G}{2}$.

Una cónica queda pues definida por una matriz simétrica $A = (a_{ij})_{i=0,j=0}^{2,2}$. En lo que sigue denotaremos por A_{00} a la matriz adjunta en A del elemento a_{00} .

La longitud y dirección de los ejes principales de una elipse quedan definidas por los vectores ortonormales \vec{v}_1 y \vec{v}_2 , que son los autovectores correspondientes a los autovalores λ_1 y λ_2 del endomorfismo R^2 definido por la matriz A_{00} de la elipse. Los autovalores λ_1 y λ_2 son las raíces del polinomio característico de A_{00} , definido como $\det(A_{00}-\lambda I) = 0$.

a) El cálculo el ángulo de inclinación del eje mayor de las elipses, β , es el ángulo que forma el autovector, \vec{v}_1 , correspondiente al eje principal mayor con el eje X . Dicho vector \vec{v}_1 viene dado por la siguiente expresión:

$$\bar{v}_1 = (a_{21}, a_{22} - \lambda_1) \quad (A2.3)$$

De modo que β viene dado por la ecn. (A2.4).

$$\beta = \arctg\left(\frac{a_{22} - \lambda_1}{a_{21}}\right) \quad (A2.4)$$

Identificando los coeficientes de la matriz A en función de las ecns. (5.3) y (5.9), se obtienen las expresiones de λ_1 , a_{21} y a_{22} . Una vez sustituidos en la ecn. A2.4 se obtienen las expresiones del ángulo β dadas por las ecns. (5.4) y (5.10), respectivamente.

b) Por otro lado, el espesor teórico de las elipses en el modelo geométrico, w , se corresponde con la longitud del eje menor de estas, $2b$, donde b se corresponde con el semieje menor de una elipse centrada en el origen dada por la siguiente expresión:

$$\frac{x^2}{a^2} + \frac{y^2}{b^2} = 1 \quad (A2.5)$$

donde a es el semieje mayor de la elipse. La ecuación reducida de una elipse, dada, en función de λ_1 y λ_2 viene dada por la ecn. (A2.6)

$$\lambda_1 x^2 + \lambda_2 y^2 + \frac{\det A}{\det A_{00}} = 0 \quad (A2.6)$$

Comparando la ecn. (A2.5) con la ecn. (A2.6), se obtiene que el valor de b está dado por la siguiente expresión:

$$b = \sqrt{\frac{1}{\lambda_2} \cdot \frac{\det A}{\det A_{00}}} \quad (A2.7)$$

Identificando los coeficientes de la matriz A en función de las ecns. (5.3) y (5.9), se obtienen las expresiones de λ_2 , $\det A$ y $\det A_{00}$. Una vez sustituidos en la

ecn. A2.7 se obtienen las expresiones de la disminución de espesor dadas por las ecns. (5.5) y (5.11), respectivamente.

Bibliografia

- [1] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, *Prog. Mater. Sci.* 45 (2000) 103-189.
- [2] O. D. Sherby, J. Wadsworth, *J. Mater. Process. Tech.* 117 (2001) 347-353.
- [3] P. W. Bridgman, *Studies in large plastic flow and fracture*, McGraw-Hill New York, 1952.
- [4] V. M. Segal, V. I. Reznikov, A. E. Drobyshevskiy, V. I. Kopylov, *Russ. Metal.* (1981) 99-105.
- [5] N. A. Smirnova, V. I. Levit, V. I. Pilyugin, R. I. Kuznetsov, L. S. Davydova, V. A. Sazonova, *Fizika Metallov I Metallovedenie* 61 (1986) 1170-1177.
- [6] Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, T. Sakai, *Acta Mater.* 47 (1999) 579-583.
- [7] S. Swaminathan, C. Swanson, T. L. Brown, R. Z. Kezar, S. Chandrasekar, W. D. Compton, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* 821 (2004) 9.5.1.
- [8] S. Swaminathan, M. R. Shankar, B. C. Rao, W. D. Compton, S. Chandrasekar, A. H. King, K. P. Trumble, *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 1529-1541.
- [9] N. Saito, I. Shigematsu, T. Komaya, T. Tamaki, G. Yamauchi, M. Nakamura, *J. Mater. Sci. Eng. Lett.* 20 (2001) 1913-1915.
- [10] R. S. Mishra, M. W. Mahoney, *Superplasticity in Advanced Materials, ICSAM-2000* 357-3 (2001) 507-512.
- [11] P. L. Sun, P. W. Kao, C. P. Chang, *Scripta Mater.* 47 (2002) 377-381.
- [12] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, *Acta Mater.* 46 (1998) 3317-3331.
- [13] S. D. Terhune, D. L. Swisher, K. Oh-ishi, Z. Horita, T. G. Langdon, T. R. McNelley, *Metall. Mater. Trans. A* 33A (2002) 2173.
- [14] A. P. Zhilyaev, B. K. Kim, J. A. Szpunar, M. D. Baro, T. G. Langdon, *Mater. Sci. Eng. A* 391 (2005) 377-389.
- [15] R. Z. Valiev, D. A. Salimonenko, N. K. Tsenev, P. B. Berbon, T. G. Langdon, *Scripta Mater.* 37 (1997) 1945-1950.
- [16] S. X. McFadden, R. S. Mishra, R. Z. Valiev, A. P. Zhilyaev, A. K. Mukherjee, *Nature* 398 (1999) 684-686.

-
- [17] S. Komura, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, *Mater. Sci. Eng. A* 297 (2001) 111-118.
- [18] Z. Y. Ma, R. S. Mishra, *Scripta Mater.* 53 (2005) 75-80.
- [19] O. A. Kaibyshev, F. Z. Utyashev, *Superplasticity: microstructural refinement and superplastic roll forming*, Futurepast, Arlington, VA, 2005.
- [20] J. Gil Sevillano, P. van Houtte, E. Aernoudt, *Prog. Mater. Sci.* 25 (1980) 69-412.
- [21] R. Z. Valiev, T. G. Langdon, *Prog. Mater. Sci.* 51 (2006) 881-981.
- [22] C. Xu, M. Furukawa, Z. Horita, T. G. Langdon, *Mater. Sci. Eng. A* 398 (2005) 66-76.
- [23] A. A. Salem, T. G. Langdon, T. R. McNelley, S. R. Kalidindi, S. L. Semiatin, *Metall. Mater. Trans. A* 37A (2006) 2879-2891.
- [24] A. Gholinia, P. Bate, P. B. Prangnell, *Acta Mater.* 50 (2002) 2121-2136.
- [25] M. Cabibbo, E. Evangelista, C. Scalabroni, *Micron* 36 (2005) 401-414.
- [26] J. Mao, S. B. Kang, J. O. Park, *J. Mater. Process. Tech.* 159 (2005) 314-320.
- [27] W. J. Kim, C. S. Chung, D. S. Ma, S. I. Hong, H. K. Kim, *Scripta Mater.* 49 (2003) 333-338.
- [28] M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, R. Z. Valiev, T. G. Langdon, *Acta Mater.* 44 (1996) 4619-4629.
- [29] J. Wang, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, T. G. Langdon, *Acta Mater.* 44 (1996) 2973-2982.
- [30] D. G. Morris, M. A. Muñoz-Morris, *Acta Mater.* 50 (2002) 4047-4060.
- [31] J. R. Bowen, P. B. Prangnell, D. Juul-Jensen, N. Hansen, *Mater. Sci. Eng. A* 387-389 (2004) 235-239.
- [32] L. Dupuy, J. J. Blandin, E. F. Rauch, *Mater. Sci. Tech.* 16 (2000) 1256-1258.
- [33] A. Vevečka, P. Cavaliere, M. Cabbibo, E. Evangelista, T. G. Langdon, *J. Mater. Sci. Eng. Lett.* 20 (2001) 1601-1603.
- [34] Y. C. Chen, Y. Y. Huang, C. P. Chang, P. W. Kao, *Acta Mater.* 51 (2003) 2005-2015.
- [35] V. V. Stolyarov, R. Lapovok, *J. Alloy Compd.* 378 (2004) 233-236.

-
- [36] B. S. Moon, H. S. Kim, S. I. Hong, *Scripta Mater.* 46 (2002) 131-136.
 - [37] G. Krallics, D. Malgin, A. Fodor, *Mater. Sci. Forum* 473-474 (2005) 129-134.
 - [38] J. Gubicza, G. Krallics, I. Schiller, D. Malgin, *Mater. Sci. Forum* 473-474 (2005) 453-457.
 - [39] P. Malek, M. Cieslar, *Mater. Sci. Eng. A* 324 (2002) 90-95.
 - [40] L. J. Zheng, C. Q. Chen, T. T. Zhou, P. Y. Liu, M. G. Zeng, *Mater. Charat.* 49 (2003) 455-461.
 - [41] P. Malek, M. Cieslar, R. K. Islamgaliev, *J. Alloy Compd.* 378 (2004) 237-241.
 - [42] C. Y. Nam, J. H. Han, Y. H. Chung, M. C. Shin, *Mater. Sci. Eng. A* 347 (2003) 253-257.
 - [43] Y. H. Zhao, X. Z. Liao, Z. Jin, R. Z. Valiev, Y. T. Zhu, *Acta Mater.* 52 (2004) 4589.
 - [44] I. Nikulin, R. Kaibyshev, T. Sakai, *Mater. Sci. Eng. A* (2005).
 - [45] S. C. Wang, M. J. Starink, N. Gao, C. Xu, T. G. Langdon, *Rev. Adv. Mater. Sci.* 10 (2005) 249-255.
 - [46] I. Sabirov, O. Kolednik, R. Z. Valiev, R. Pippan, *Acta Mater.* 53 (2005) 4919-4930.
 - [47] T. M. Lillo, *Mater. Sci. Eng. A* 410 (2005) 443-446.
 - [48] Z. Horita, T. Fujinami, M. Nemoto, T. G. Langdon, *J. Mater. Process. Tech.* 117 (2001) 288-292.
 - [49] O. D. Sherby, P. M. Burke, *Prog. Mater. Sci.* 13 (1968) 325-390.
 - [50] A. Ball, M. M. Hutchinson, *Met. Sci. J.* 3 (1969) 1-6.
 - [51] M. F. Ashby, R. A. Verrall, *Acta Metall.* 21 (1973) 149-163.
 - [52] F. R. N. Nabarro, *Phil. Mag. A* 16 (1967) 231-237.
 - [53] C. Herring, *J. Appl. Phys.* 21 (1951) 437-445.
 - [54] R. L. Coble, *J. Appl. Phys.* 34 (1963) 1679.
 - [55] O. A. Ruano, J. Wadsworth, O. D. Sherby, *Acta Metall.* 36 (1988) 1117-1128.
 - [56] T. G. Langdon, *Phil. Mag.* 22 (1970) 689-700.

-
- [57] A. K. Mukherjee, *Mater. Sci. Eng.* 8 (1971) 83-89.
 - [58] R. C. Gifkins, *Metall. Trans. A* 7 (1976) 1225-1232.
 - [59] O. A. Ruano, O. D. Sherby, *Rev. Phys. Appl.* 23 (1988) 625-637.
 - [60] J. Weertman, *J. Appl. Phys.* 28 (1957) 1185-1191.
 - [61] M. A. Kulas, W. P. Green, E. M. Taleff, P. E. Krajewski, T. R. McNelley, *Metall. Mater. Trans. A* 36A (2005) 1249.
 - [62] E. M. Taleff, W. P. Green, M. A. Kulas, T. R. McNelley, P. E. Krajewski, *Mater. Sci. Eng. A* 410-411 (2005) 32-37.
 - [63] M. A. Kulas, W. P. Green, E. M. Taleff, P. E. Krajewski, T. R. McNelley, *Metall. Mater. Trans. A* 37A (2006) 645.
 - [64] O. D. Sherby, R. H. Klundt, A. K. Miller, *Metall. Trans. A* 8 (1977) 843-850.
 - [65] J. A. Wert, N. E. Paton, C. H. Hamilton, M. W. Mahoney, *Metall. Trans. A* 12 (1981) 1267-1276.
 - [66] F. J. Humphreys, *Acta Metall.* 25 (1977) 1323-1344.
 - [67] N. E. Paton, C. H. Hamilton, J. Wert, M. Mahoney, *JOM* 34 (1982) 21-27.
 - [68] H. Hasegawa, S. Komura, A. Utsunomiya, Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, T. G. Langdon, *Mater. Sci. Eng. A* 265 (1999) 188-196.
 - [69] P. B. Berbon, S. Komura, A. Utsunomiya, Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, T. G. Langdon, *Mater. Trans. JIM* 40 (1999) 772-778.
 - [70] K. T. Park, D. Y. Hwang, Y. K. Lee, Y. K. Kim, D. H. Shin, *Mater. Sci. Eng. A* 341 (2003) 273-281.
 - [71] D. H. Shin, D. Y. Hwang, Y. J. Oh, K. T. Park, *Metall. Mater. Trans. A* 35A (2004) 825-837.
 - [72] C. Xu, W. Dixon, M. Furukawa, Z. Horita, T. G. Langdon, *Mater. Lett.* 57 (2003) 3588-3592.
 - [73] C. Xu, M. Furukawa, Z. Horita, T. G. Langdon, *Acta Mater.* 51 (2003) 6139-6149.
 - [74] A. Goloborodko, O. Sitdikov, T. Sakai, R. Kaibyshev, H. Miura, *Mater. Trans.* 44 (2003) 766-774.
 - [75] A. Goloborodko, O. Sitdikov, R. Kaibyshev, H. Miura, T. Sakai, *Mater. Sci. Eng. A* 381 (2004) 121-128.

-
- [76] F. C. Liu, Z. Y. Ma, *Scripta Mater.* 58 667-670.
- [77] Y. H. Zhao, X. Z. Liao, Y. T. Zhu, R. Z. Valiev, *J. Mater. Res.* 20 (2005) 288-291.
- [78] K. Turba, P. Malek, M. Cieslar, *Kovove Materialy-Metallic Materials* 45 (2007) 165-170.
- [79] A. Ma, Y. Nishida, K. Suzuki, I. Shigematsu, N. Saito, *Scripta Mater.* 52 (2005) 433-437.
- [80] A. Ma, K. Suzuki, Y. Nishida, N. Saito, I. Shigematsu, M. Takagi, H. Iwata, A. Watazu, T. Imura, *Acta Mater.* 53 (2004) 211-220.
- [81] A. Ma, N. Saito, M. Takagi, Y. Nishida, H. Iwata, K. Suzuki, I. Shigematsu, A. Watazu, *Mater. Sci. Eng. A* 395 (2005) 70-76.
- [82] A. Ma, M. Takagi, N. Saito, H. Iwata, Y. Nishida, K. Suzuki, I. Shigematsu, *Mater. Sci. Eng. A* 408 (2005) 147-153.
- [83] A. Ma, K. Suzuki, N. Saito, Y. Nishida, M. Takagi, I. Shigematsu, H. Iwata, *Mater. Sci. Eng. A* (2005).
- [84] I. Gutiérrez-Urrutia, M. A. Muñoz-Morris, D. G. Morris, *Acta Mater.* 55 (2007) 1319-1330.
- [85] A. P. Zhilyaev, J. M. García-Infanta, F. Carreno, T. G. Langdon, O. A. Ruano, *Scripta Mater.* 57 (2007) 763-765.
- [86] J. M. García-Infanta, A. P. Zhilyaev, C. M. Cepeda-Jiménez, O. A. Ruano, F. Carreño, *Scripta Mater.* 58 (2008) 138-141.
- [87] J. M. García-Infanta, S. Swaminathan, F. Carreño, O. A. Ruano, T. R. McNelley, *Scripta Mater.* 58 (2008) 17-20.
- [88] J. M. García-Infanta, S. Swaminathan, A. P. Zhilyaev, F. Carreño, O. A. Ruano, T. R. McNelley, *Mater. Sci. Eng. A* doi:10.1016/j.msea.2007.07.080 (2007).
- [89] Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, *Scripta Mater.* 35 (1996) 143-146.
- [90] K. Furuno, H. Akamatsu, K. Oh-ishi, M. Furukawa, Z. Horita, T. G. Langdon, *Acta Mater.* 52 (2004) 2497-2507.
- [91] A. P. Zhilyaev, K. Oh-ishi, G. I. Raab, T. R. McNelley, *Mater. Sci. Eng. A* 441 (2006) 245-252.
- [92] V. M. Segal, *Mater. Sci. Eng. A* 197 (1995) 157-164.

-
- [93] M. Furukawa, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, *Mater. Sci. Eng. A* 257 (1998) 328-332.
 - [94] A. P. Zhilyaev, T. R. McNelley, T. G. Langdon, *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 1517-1528.
 - [95] C. Xu, Z. Horita, T. G. Langdon, *Acta Mater.* 55 (2007) 203-212.
 - [96] H. J. Bunge, *Texture Analysis in Materials Science*, Butterworths, London, 1982.
 - [97] I. J. Beyerlein, R. A. Lebensohn, C. N. Tome, *Mater. Sci. Eng. A* 345 (2003) 122-138.
 - [98] K. Oh-ishi, A. P. Zhilyaev, T. R. McNelley, *Mater. Sci. Eng. A* 410-411 (2005) 183-187.
 - [99] S. Li, I. J. Beyerlein, M. A. M. Bourke, *Mater. Sci. Eng. A* 394 (2005) 66-77.
 - [100] A. P. Zhilyaev, K. Oh-ishi, G. I. Raab, T. R. McNelley, *Mater. Sci. Forum* 503-504 (2006) 63-70.
 - [101] A. P. Zhilyaev, D. L. Swisher, K. Oh-ishi, T. G. Langdon, T. R. McNelley, *Mater. Sci. Eng. A* 429 (2006) 137-148.
 - [102] G. R. Canova, U. F. Kocks, J. J. Jonas, *Acta Metall.* 32 (1984) 211-226.
 - [103] F. Montheillet, M. Cohen, J. J. Jonas, *Acta Metall.* 32 (1984) 2077-2089.
 - [104] A. A. Gazder, S. Li, F. H. Dalla Torre, I. J. Beyerlein, C. F. Gu, C. H. J. Davies, E. V. Pereloma, *Mater. Sci. Eng. A* 437 (2006) 259-267.
 - [105] *Binary Alloy Phase Diagrams*, ASM, Metals Park, Ohio, 1986.
 - [106] M. Kamachi, M. Furukawa, Z. Horita, T. G. Langdon, *Mater. Sci. Eng. A* 361 (2003) 258-266.
 - [107] F. H. Rhines, *Rev. Metall. Madrid* 22 (1986) 3.
 - [108] T. Sritharan, H. Jones, *Acta Metall.* 27 (1979) 1293-1300.
 - [109] V. Randle, O. Engler, *Introduction to Texture Analysis. Macrotecture, Microtexture & Orientation Mapping*, Gordon and Breach Science Publisher, Amsterdam, 2000.
 - [110] E. F. Rauch, M. Veron, *Materialwiss. Werkstofftech.* 36 (2005) 552-556.
 - [111] E. R. Rauch, A. Duft, Orientation maps derived from TEM diffraction patterns collected with an external CCD camera, in: *Icotom 14: Textures*

- of Materials, Pts 1 and 2, vol 495-497, Trans Tech Publications Ltd, Zurich-Uetikon, 2005, pp. 197-202.
- [112] E. F. Rauch, L. Dupuy, Arch. Metall. Mater. 50 (2005) 87-99.
- [113] E. F. Rauch, L. Dupuy, J. Appl. Crystallogr. 39 (2006) 104-105.
- [114] W. Koster, Z. Metallkd. 39 (1948) 1.
- [115] E. Fleury, J. S. Ha, Int. J. Pres. Ves. Pip. 75 (1998) 699-706.
- [116] D. Finarelli, M. Roedig, F. Carsughi, J. Nucl. Mater. 328 (2004) 146-150.
- [117] B. Ule, T. Sustar, F. Dobes, K. Milicka, V. Bicego, S. Tettamanti, K. Maile, C. Schwarzkopf, M. P. Whelan, R. H. Kozlowski, J. Klaput, Nuc. Eng. Des. 192 (1999) 1-11.
- [118] Z. Yang, Z. Wang, Int. J. Pres. Ves. Pip. 80 (2003) 397-404.
- [119] F. Dobes, K. Milicka, P. Kratochvil, Intermetallics 12 (2004) 1397-1401.
- [120] X. Mao, H. Takahashi, J. Nucl. Mater. 150 (1987) 42-52.
- [121] Y. Iwahashi, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, Metall. Mater. Trans. A 29 (1998) 2245-2252.
- [122] Y. T. Zhu, T. C. Lowe, Mater. Sci. Eng. A 291 (2000) 46-53.
- [123] J. A. Wert, Scripta Metall. 15 (1981) 445-447.
- [124] R. Ayer, J. Y. Koo, J. W. Steeds, B. K. Park, Metall. Trans. A 16 (1985) 1925-1936.
- [125] Properties and selection : nonferrous alloys and special-purpose materials / prepared under the direction of the ASM INTERNATIONAL Handbook Committee. , American Society for Metals Materials Park, Ohio, 1990.
- [126] M. F. Ashby, Phil. Mag. 21 (1970) 399-&.
- [127] P. J. Apps, M. Berta, P. B. Prangnell, Acta Mater. 53 (2005) 499-511.
- [128] D. Caillard, J. L. Martin, Rev. Phys. Appl. 22 (1987) 169-183.
- [129] S. Lee, M. Furukawa, Z. Horita, T. G. Langdon, Mater. Sci. Eng. A 342 (2003) 294-301.
- [130] R. Kapoor, J. K. Chakravartty, Acta Mater. 55 (2007) 5408-5418.
- [131] R. Deiasi, P. N. Adler, Metall. Trans. A 8 (1977) 1177-1183.
- [132] M. E. Kassner, M. T. Perez-Prado, Prog. Mater. Sci. 45 (2000) 1-102.

-
- [133] V. V. Stolyarov, R. Lapovok, I. G. Brodova, P. F. Thomson, *Mater. Sci. Eng. A* 357 (2003) 159-167.
- [134] J. G. Kaufman, E. L. Roy, *Aluminum Casting Alloys. Properties, Processes and Applications*, American Foundry Society, ASM International, 2004.
- [135] A. Gholinia, P. B. Prangnell, M. V. Markushev, *Acta Mater.* 48 (2000) 1115-1130.
- [136] K. Xia, J. Wang, *Metall. Mater. Trans. A* 32 (2001) 2639-2647.
- [137] Z. G. Zhang, Y. Watanabe, I. Kim, *Mater. Sci. Tech.* 21 (2005) 708-714.
- [138] M. Kamachi, M. Furukawa, Z. Horita, T. G. Langdon, *Mater. Sci. Eng. A* 347 (2003) 223-230.
- [139] J. R. Bowen, A. Gholinia, S. M. Roberts, P. B. Prangnell, *Mater. Sci. Eng. A* 287 (2000) 87-99.
- [140] F. J. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Elsevier, Amsterdam, 2004.
- [141] A. Bendijk, R. Delhez, L. Katgerman, T. H. Dekeijser, E. J. Mittemeijer, N. M. Vanderpers, *J. Mater. Sci.* 15 (1980) 2803-2810.
- [142] L. F. Mondolfo, *Aluminum alloys : structure and properties*, Butterworths, 1976.
- [143] J. W. Cahn, *Acta Metall.* 5 (1957) 169-172.
- [144] B. Dutta, E. Valdes, C. M. Sellars, *Acta Metall. Mater.* 40 (1992) 653-662.
- [145] W. Weibull, *J. Appl. Mech. Trans. ASME* 18 (1951) 293-297.
- [146] C. H. Caceres, J. R. Griffiths, *Acta Mater.* 44 (1996) 25-33.
- [147] W. J. Poole, N. Charras, *Mater. Sci. Eng. A* 406 (2005) 300-308.
- [148] J. Llorca, A. Needleman, S. Suresh, *Acta Metall. Mater.* 39 (1991) 2317-2335.
- [149] D. K. Dwivedi, A. Sharma, T. V. Rajan, *Mater. Manuf. Process.* 20 (2005) 777-791.
- [150] P. L. Schaffer, L. Arnberg, A. K. Dahle, *Scripta Mater.* 54 (2006) 677-682.
- [151] M. F. Hafiz, T. Kobayashi, *Scripta Metall. Mater.* 30 (1994) 475-480.
- [152] E. Ogris, A. Wahlen, H. Luchinger, P. J. Uggowitzer, *J. Light Met.* 2 (2002) 263-269.

-
- [153] C. H. Caceres, C. J. Davidson, J. R. Griffiths, *Mater. Sci. Eng. A* 197 (1995) 171-179.